

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-225548

(43) 公開日 平成8年(1996)9月3日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 D 261/04			C 0 7 D 261/04	
A 0 1 N 43/80	1 0 1		A 0 1 N 43/80	1 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 41 頁)

(21) 出願番号 特願平7-318183

(22) 出願日 平成7年(1995)12月6日

(31) 優先権主張番号 特願平6-307282

(32) 優先日 平6(1994)12月12日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000001856

三共株式会社

東京都中央区日本橋本町3丁目5番1号

(72) 発明者 米田 隆実

滋賀県野洲郡野洲町野洲1041 三共株式会
社内

(72) 発明者 水貝 宗治

滋賀県野洲郡野洲町野洲1041 三共株式会
社内

(72) 発明者 塚口 直人

東京都品川区広町1丁目2番58号 三共株
式会社内

(74) 代理人 弁理士 大野 彰夫 (外2名)

最終頁に続く

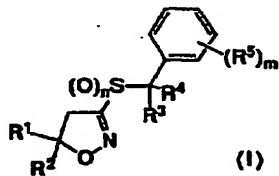
(54) 【発明の名称】 除草性イソオキサゾリン誘導体

(57) 【要約】

【課題】優れた除草活性を有するイソオキサゾリン誘導体の提供。

【解決手段】下記一般式 (I) で表わされる化合物。

【化1】

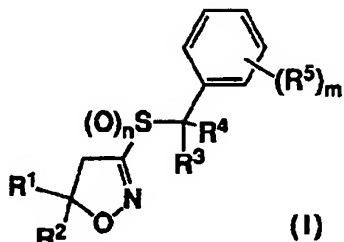


[R¹ = ハロゲン置換低級アルキル基、R² = 低級アルキル基、R³、R⁴ = H、低級アルキル基、R⁵ = ハロゲン原子、置換低級アルキル基、置換低級アルコキシ基等、m = 0 ~ 5、n = 0 ~ 2。]

【特許請求の範囲】

【請求項1】下記一般式(I)

【化1】

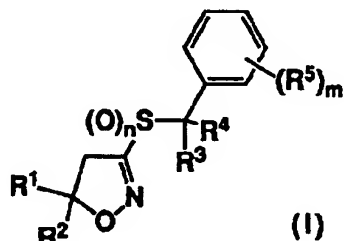


〔式中、R¹ は、同一又は異なった1乃至3個のハロゲン原子により置換された低級アルキル基を示し、R² は、低級アルキル基を示し、R³ 及びR⁴ は同一又は異なって、水素原子又は低級アルキル基を示し、R⁵ は、ハロゲン原子、低級アルキル基（当該低級アルキル基は、置換基群aから選ばれる同一又は異なった1乃至3個の置換基により置換されていても良い）又は低級アルコキシ基（当該低級アルコキシ基は、置換基群aから選ばれる同一又は異なった1乃至3個の置換基により置換されていても良く、また、近接する当該低級アルコキシ基が2個結合して低級アルキレンジオキシ基を形成しても良く、当該低級アルキレンジオキシ基は同一又は異なった1乃至4個のハロゲン原子により置換されていても良い）を示すか、又は、R⁴ とR⁵ が一緒になって低級アルキレン基又は低級アルキレンオキシ基を形成しても良く（mが2以上の場合、R⁵ は同一又は異なっても良い）、mは0、1、2、3、4又は5を示し、nは0、1又は2を示す。

（置換基群a）ハロゲン原子、低級アルコキシ基（当該低級アルコキシ基は同一又は異なった1乃至3個のハロゲン原子により置換されていても良く、また、近接する当該低級アルコキシ基が2個結合して低級アルキレンジオキシ基を形成しても良い）で表わされる化合物。

【請求項2】下記一般式(I)

【化2】



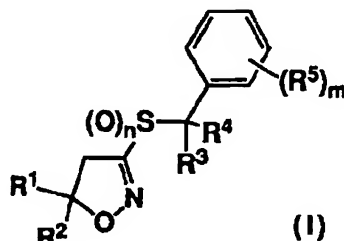
〔式中、R¹ は、同一又は異なった1乃至3個のハロゲン原子により置換された炭素数1個又は2個のアルキル基を示し、R² は、炭素数1個又は2個のアルキル基を示し、R³ 及びR⁴ は同一又は異なって、水素原子又は炭素数1個乃至3個のアルキル基を示し、R⁵ は、ハロゲン原子、炭素数1個乃至3個のアルキル基又は炭素数1個乃至3個アルコキシ基（近接する当該アルコキシ基が2個結合して炭素数1又は2個のアルキレンジオキシ

2

基を形成しても良い）を示し（mが2の場合、R⁵ は同一又は異なっても良い）、mは0、1又は2を示し、nは0又は2を示す。〕で表わされる化合物。

【請求項3】下記一般式(I)

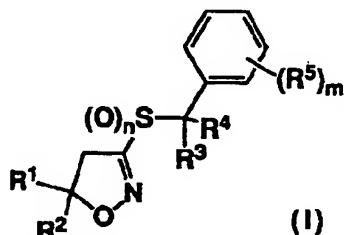
【化3】



〔式中、R¹ は、1個乃至3個の塩素原子により置換された炭素数1個又は2個のアルキル基を示し、R² は、メチル基を示し、R³ 及びR⁴ は同一又は異なって、水素原子又はメチル基を示し、R⁵ は、弗素原子、塩素原子、臭素原子、メチル基、エチル基、イソプロピル基、メトキシ基、エトキシ基、イソプロピルオキシ基（近接する当該メトキシ基、エトキシ基が2個結合してメチレンジオキシ基、エチレンジオキシ基を形成しても良い）を示し（mが2の場合、R⁵ は同一又は異なっても良い）、mは0、1又は2を示し、nは0又は2を示す。〕で表わされる化合物。

【請求項4】下記一般式(I)

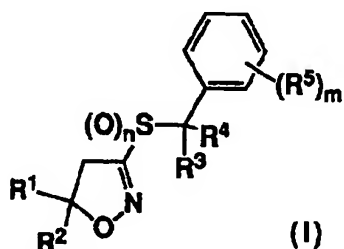
【化4】



〔式中、R¹ は、クロロメチル基を示し、R² は、メチル基を示し、R³ 及びR⁴ は、水素原子を示し、R⁵ は、弗素原子、塩素原子、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基（近接する当該メトキシ基、エトキシ基が2個結合してメチレンジオキシ基、エチレンジオキシ基を形成しても良い）を示し（mが2の場合、R⁵ は同一又は異なっても良い）、mは1又は2を示し、nは2を示す。〕で表わされる化合物。

【請求項5】下記一般式(I)

【化5】



〔式中、R¹ は、クロロメチル基を示し、R² は、メチ

ル基を示し、 R^1 及び R^4 は、水素原子を示し、 R^5 は、塩素原子、エチル基、メトキシ基（近接する当該メトキシ基が2個結合してメチレンジオキシ基を形成しても良い）を示し（ m が2の場合、 R^5 は同一又は異なっているても良い）、 m は1又は2を示し、 n は2を示す。】で表わされる化合物。

【請求項6】請求項1乃至5に記載の化合物を有効成分として含有する農薬。

【請求項7】請求項1乃至5に記載の化合物を有効成分として含有する除草剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、優れた除草活性を有する新規なイソオキサゾリン誘導体及びそれを有効成分として含有する除草剤に関する。

【0002】

【従来の技術】これまで、除草活性を有する2-イソオキサゾリン骨格を有する化合物は、EP334120A1及びEP514987A1に記載されている。

【0003】しかし、EP334120A1に記載の化合物は、2-イソオキサゾリン環3位に、アルキル、シクロアルキル、置換フェニル、5員及び6員ヘテロ環が直結した化合物であり、2-イソオキサゾリン環3位が（置換）メチレンスルフィド、（置換）メチレンスルホキシド、（置換）メチレンスルホンである本願化合物とは、構造が全く異なる。また、EP514987A1に記載の化合物は、2-イソオキサゾリン環3位に置換フェニル基が直結した化合物のみであり、やはり本願化合物とは、構造が全く異なる。

【0004】さらに、2-イソオキサゾリン環を有する化合物が、特開平5-105672号公報に記載されているが、これら化合物はすべてイソオキサゾリン環5位にシアノ基が直結した化合物であり、この点本願化合物と構造上全く異なる。さらに、当該特開平5-105672号公報には、除草活性については何ら記載されていない。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明者等は、2-イソオキサゾリン環を有する誘導体の合成とその生物活性について永年に亘り鋭意研究を行なった結果、既知の化合物とは構造を異にした、新規な2-イソオキサゾリン誘導体が、優れた除草活性を有することを見出し、本発明を完成した。

【0006】本発明の化合物は、水田においては、特に水田の強害雑草であるタイヌビエに対して低薬量で優れた除草活性を示し、かつ水稻に対する薬害が極めて少なく、また、コナギ、アゼナ、アブノメ、キカシグサ等の広葉雑草や、ホタルイ、ミズガヤツリ等のカヤツリグサ科雑草に対しても強い殺草作用を有する。

【0007】更には、畑地においても、メヒシバ、イヌ

ビエ、エノコログサ等のイネ科雑草に対して低薬量で優れた除草活性を示し、かつトウモロコシ、ビート、ダイズ、ワタに対する薬害が極めて少なく、また、イヌビユ、アカザ、カラシナ、アオゲイトウ等の広葉雑草に対しても強い殺草作用を有する。

【0008】

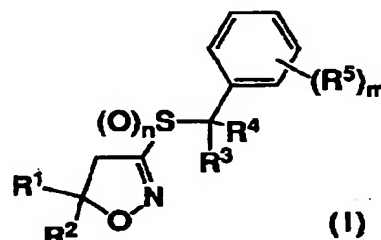
【発明の構成】

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記一般式（I）

【0010】

【化6】



【0011】【式中、 R^1 は、同一又は異なった1乃至3個のハロゲン原子により置換された低級アルキル基を示し、 R^2 は、低級アルキル基を示し、 R^3 及び R^4 は同一又は異なって、水素原子又は低級アルキル基を示し、 R^5 は、ハロゲン原子、低級アルキル基（当該低級アルキル基は、置換基群aから選ばれる同一又は異なった1乃至3個の置換基により置換されていても良い）又は低級アルコキシ基（当該低級アルコキシ基は、置換基群aから選ばれる同一又は異なった1乃至3個の置換基により置換されていても良く、また、近接する当該低級アルコキシ基が2個結合して低級アルキレンジオキシ基を形成しても良く、当該低級アルキレンジオキシ基は同一又は異なった1乃至4個のハロゲン原子により置換されていても良い）を示すか、又は、 R^4 と R^5 が一緒になって低級アルキレン基又は低級アルキレンオキシ基を形成しても良く（ m が2以上の場合、 R^5 は同一又は異なっているても良い）、 m は0、1、2、3、4又は5を示し、 n は0、1又は2を示す。

【0012】（置換基群a）ハロゲン原子、低級アルコキシ基（当該低級アルコキシ基は同一又は異なった1乃至3個のハロゲン原子により置換されていても良く、また、近接する当該低級アルコキシ基が2個結合して低級アルキレンジオキシ基を形成しても良い）】好適には、

【式中、 R^1 は、同一又は異なった1乃至3個のハロゲン原子により置換された炭素数1個又は2個のアルキル基を示し、 R^2 は、炭素数1個又は2個のアルキル基を示し、 R^3 及び R^4 は同一又は異なって、水素原子又は炭素数1個乃至3個のアルキル基を示し、 R^5 は、ハロゲン原子、炭素数1個乃至3個のアルキル基又は炭素数1個乃至3個アルコキシ基（近接する当該アルコキシ基が2個結合して炭素数1又は2個のアルキレンジオキシ

10

20

30

40

50

基を形成しても良い)を示し(mが2の場合、 R^5 は同一又は異なっているも良い)、mは0、1又は2を示し、nは0又は2を示す。]より好適には、[式中、 R^1 は、1個乃至3個の塩素原子により置換された炭素数1個又は2個のアルキル基を示し、 R^2 は、メチル基を示し、 R^3 及び R^4 は同一又は異なっており、水素原子又はメチル基を示し、 R^5 は、フ素原子、塩素原子、臭素原子、メチル基、エチル基、イソプロピル基、メトキシ基、エトキシ基、イソプロピルオキシ基(近接する当該メトキシ基、エトキシ基が2個結合してメチレンジオキシ基、エチレンジオキシ基を形成しても良い)を示し(mが2の場合、 R^5 は同一又は異なっているも良い)、mは0、1又は2を示し、nは0又は2を示す。]更に好適には、[式中、 R^1 は、クロロメチル基を示し、 R^2 は、メチル基を示し、 R^3 及び R^4 は、水素原子を示し、 R^5 は、フ素原子、塩素原子、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基(近接する当該メトキシ基、エトキシ基が2個結合してメチレンジオキシ基、エチレンジオキシ基を形成しても良い)を示し(mが2の場合、 R^5 は同一又は異なっているも良い)、mは1又は2を示し、nは2を示す。]より更に好適には、[式中、 R^1 は、クロロメチル基を示し、 R^2 は、メチル基を示し、 R^3 及び R^4 は、水素原子を示し、 R^5 は、塩素原子、エチル基、メトキシ基(近接する当該メトキシ基が2個結合してメチレンジオキシ基を形成しても良い)を示し(mが2の場合、 R^5 は同一又は異なっているも良い)、mは1又は2を示し、nは2を示す。]で表わされる化合物である。

【0013】本願において、「ハロゲン原子」とは、フ素原子、塩素原子、臭素原子、沃素原子である。 R^1 において、好適にはフ素原子、塩素原子であり、更に好適には塩素原子である。

【0014】 R^5 において、好適にはフ素原子、塩素原子、臭素原子であり、更に好適にはフ素原子、塩素原子であり、 R^5 が低級アルキレンジオキシ基を形成する場合には、好適にはフ素原子である。置換基群aにおいて、好適にはフ素原子であり、置換基群aが低級アルコキシ基の場合には、好適にはフ素原子である。

【0015】本願において、「低級アルキル基」とは、例えばメチル、エチル、n-プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、s-ブチル、t-ブチル、n-ペンチル、イソペンチル、2-メチルブチル、ネオペンチル、1-エチルプロピル、n-ヘキシル、4-メチルペンチル、3-メチルペンチル、2-メチルペンチル、1-メチルペンチル、3,3-ジメチルブチル、2,2-ジメチルブチル、1,1-ジメチルブチル、1,2-ジメチルブチル、1,3-ジメチルブチル、2,3-ジメチルブチル、2-エチルブチルのような炭素数1乃至6個の直鎖又は分枝鎖アルキル基である。 R^1 及び R^2 において、好適にはメチル、エチルであり、更に好適にはメチルである。 R^3 及び R^4 において、好適には

炭素数1乃至3個の直鎖又は分枝鎖アルキル基であり、更に好適にはメチルである。 R^5 において、好適にはメチル、エチル、イソプロピルであり、最も好適にはメチル、エチルである。

【0016】本願において、「低級アルコキシ基」とは、例えばメトキシ、エトキシ、n-プロポキシ、イソプロポキシ、n-ブトキシ、イソブトキシ、s-ブトキシ、t-ブトキシ、n-ペンチルオキシ、イソペンチルオキシ、2-メチルブトキシ、ネオペンチルオキシ、1-エチルプロポキシ、n-ヘキシルオキシ、4-メチルペンチルオキシ、3-メチルペンチルオキシ、2-メチルペンチルオキシ、1-メチルペンチルオキシ、3,3-ジメチルブトキシ、2,2-ジメチルブトキシ、1,1-ジメチルブトキシ、1,2-ジメチルブトキシ、1,3-ジメチルブトキシ、2,3-ジメチルブトキシ、2-エチルブトキシのような炭素数1乃至6個の直鎖又は分枝鎖アルコキシ基である。 R^5 において、好適には炭素数1乃至4個の直鎖又は分枝鎖アルコキシ基であり、最も好適にはメトキシ、エトキシである。置換基群aにおいて、好適にはメトキシ、エトキシであり、更に好適にはエトキシである。

【0017】本願において、「低級アルキレン基」とは、例えばメチレン、エチレン、プロピレン、テトラメチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、メチルメチレン、エチルメチレン、ジメチルメチレン、n-プロピルメチレン、イソプロピルメチレン、メチルエチルメチレン、n-ブチルメチレン、イソブチルメチレン、s-ブチルメチレン、メチルn-プロピルメチレン、メチルイソプロピルメチレン、ジエチルメチレン、n-ペンチルメチレン、イソペンチルメチレン、2-メチルブチルメチレン、ネオペンチルメチレン、1-エチルプロピルメチレン、メチルn-ブチルメチレン、メチルイソブチルメチレン、メチルス-ブチルメチレン、メチルト-ブチルメチレン、エチルn-プロピルメチレン、エチルイソプロピルメチレンのような炭素数1乃至6個の直鎖又は分枝鎖アルキレン基である。 R^4 と R^5 が一緒になった場合、好適には炭素数2乃至3個の直鎖又は分枝鎖アルキレン基である。

【0018】本願において、「低級アルキレンオキシ基」とは、例えばメチレンオキシ、エチレンオキシ、プロピレンオキシ、テトラメチレンオキシ、ペンタメチレンオキシ、ヘキサメチレンオキシ、メチルメチレンオキシ、エチルメチレンオキシ、ジメチルメチレンオキシ、n-プロピルメチレンオキシ、イソプロピルメチレンオキシ、メチルエチルメチレンオキシ、n-ブチルメチレンオキシ、イソブチルメチレンオキシ、s-ブチルメチレンオキシ、メチルn-プロピルメチレンオキシ、メチルイソプロピルメチレンオキシ、ジエチルメチレンオキシ、n-ペンチルメチレンオキシ、イソペンチルメチレンオキシ、2-メチルブチルメチレンオキシ、ネオペンチルメチレンオキシ、1-エチルプロピルメチレンオキシ、メチルn-ブチルメチレンオキシ、メチルイソブチルメチレンオキシ

シ、メチルs-ブチルメチレンオキシ、メチルt-ブチルメチレンオキシ、エチルn-プロピルメチレンオキシ、エチルイソプロピルメチレンオキシのような炭素数1乃至6個の直鎖又は分枝鎖アルキレンオキシ基である。R⁴とR⁵が一緒になった場合、好適には炭素数2乃至3個の直鎖又は分枝鎖アルキレンオキシ基であり、更に好適にはエチレンオキシである。

【0019】本願において、「低級アルキレンジオキシ基」とは、例えばメチレンジオキシ、エチレンジオキシ、プロピレンジオキシ、テトラメチレンジオキシ、ペンタメチレンジオキシ、ヘキサメチレンジオキシ、メチルメチレンジオキシ、エチルメチレンジオキシ、ジメチルメチレンジオキシ、n-プロピルメチレンジオキシ、イソプロピルメチレンジオキシ、メチルエチルメチレンジオキシ、n-ブチルメチレンジオキシ、イソブチルメチレンジオキシ、s-ブチルメチレンジオキシ、メチルn-プロピルメチレンジオキシ、メチルイソプロピルメチレンジオキシ、ジエチルメチレンジオキシ、n-ペンチルメチレンジオキシ、イソペンチルメチレンジオキシ、2-メチルブチルメチレンジオキシ、ネオペンチルメチレンジオキシ、t-エチルプロピルメチレンジオキシ、メチルn-ブチルメチレンジオキシ、メチルイソブチルメチレンジオキシ、メチルs-ブチルメチレンジオキシ、メチルt-ブチルメチレンジオキシ、エチルn-プロピルメチレンジオキシ、エチルイソプロピルメチレンジオキシのような炭素数1乃至6個の直鎖又は分枝鎖アルキレンジオキシ基である。R⁵及び置換基群aにおいて、好適には炭素数1乃至3個の直鎖又は分枝鎖アルキレンジオキシ基であり、更に好適にはメチレンジオキシ、エチレンジオキシ

【0020】R¹において、「同一又は異なった1乃至3個のハロゲン原子により置換された低級アルキル基」とは、例えばクロルメチル、2-クロルエチル、ジクロルメチル、トリクロルメチル、プロモメチル、2-プロモエチル、ジプロモメチル、フルオロメチル、2-フルオロエチル、ジフルオロメチル、トリフルオロメチル、2,2,2-トリフルオロエチル、パーフルオロエチル、パーフルオロプロピルのようなハロゲン原子置換低級アルキル基であり、好適には、クロルメチル、ジフルオロメチルであり、更に好適には、クロルメチルである。

【0021】R⁵において、「同一又は異なった1乃至4個のハロゲン原子により置換された低級アルキレンジオキシ基」とは、例えばフルオロメチレンジオキシ、ジフルオロメチレンジオキシのような基である。

【0022】置換基群aにおいて、「同一又は異なった1乃至3個のハロゲン原子により置換された低級アルコキシ基」とは、例えばジフルオロメトキシ、トリフルオロメトキシのような基である。

【0023】一般式(I)において、R¹は、好適には、同一又は異なった1個乃至3個のハロゲン原子によ

り置換された炭素数1個又は2個のアルキル基であり、更に好適には、1個乃至3個の塩素原子により置換された炭素数1個又は2個のアルキル基であり、最も好適には、クロルメチル基である。

【0024】一般式(I)において、R²は、好適には、炭素数1個又は2個のアルキル基であり、最も好適には、メチル基である。

【0025】一般式(I)において、R³は、好適には、水素原子又は炭素数1個乃至3個の直鎖又は分枝鎖アルキル基であり、更に好適には、水素原子又はメチル基であり、最も好適には、水素原子である。

【0026】一般式(I)において、R⁴は、好適には、水素原子又は炭素数1個乃至3個の直鎖又は分枝鎖アルキル基であり、更に好適には、水素原子又はメチル基であり、最も好適には、水素原子である。

【0027】一般式(I)において、R⁵は、好適には、ハロゲン原子、炭素数1乃至3個のアルキル基、炭素数1乃至3個のアルコキシ基であり、mが2以上のとき、隣接するR⁵が一緒になって、炭素数1乃至2個のアルキレンジオキシ基であってもよく、更に好適には、弗素原子、塩素原子、臭素原子、メチル基、エチル基、イソプロピル基、メトキシ基、エトキシ基、イソプロピルオキシ基であり、mが2以上のとき、隣接するR⁵が一緒になって、メチレンジオキシ基、エチレンジオキシ基であってもよく、より好適には、弗素原子、塩素原子、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基であり、mが2以上のとき、隣接するR⁵が一緒になって、メチレンジオキシ基、エチレンジオキシ基であってもよく、より更に好適には、塩素原子、エチル基、メトキシ基であり、mが2以上のとき、隣接するR⁵が一緒になって、メチレンジオキシ基であってもよい。

【0028】一般式(I)において、mは、好適には、0、1又は2であり、最も好適には、1又は2である。

【0029】一般式(I)において、nは、好適には、0又は2であり、最も好適には、2である。

【0030】置換基群aは、好適には、ハロゲン原子又は炭素数1個又は2個のアルコキシ基であり、更に好適には、弗素原子、メトキシ基、エトキシ基であり、最も好適には、弗素原子である。

【0031】本発明の代表化合物を下記表1に例示するが、本発明はこれらの化合物に限定されるものではない。

【0032】表中、「No.」は、化合物番号を示し、Meはメチル基を、Etはエチル基を、nPrはn-プロピル基を、iPrはイソプロピル基を、nBuはn-ブチル基を、iBuはイソブチル基を、sBuはsec-ブチル基を、tBuはtert-ブチル基を、nPenはn-ペンチル基を、Phはフェニル基を、Bnはベンジル基を、Acはアセチル基をそれぞれ示す。

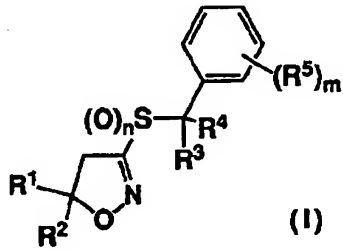
【0033】(R⁵)、の欄において、置換基の前の数

字は、その置換基のフェニル基における置換位置を示し、置換基の後の下付きの数字はその置換基の置換数を示す。例えば、2-CF₃ は2位に置換したトリフルオロメチル基、2,4-Cl₂ は2,4-ジクロロ基、3,4-OCH₂CH₂O- は、3,4-エチレンジオキシ基である。

【0034】

【化7】

*



No.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	(R ⁵) _m	n
1	CH ₂ Cl	Me	H	H	m=0	0
2	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-Me	0
3	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-Me	0
4	CH ₂ Cl	Me	H	H	4-Me	0
5	CH ₂ Cl	Me	H	H	2,3-Me ₂	0
6	CH ₂ Cl	Me	H	H	2,4-Me ₂	0
7	CH ₂ Cl	Me	H	H	2,5-Me ₂	0
8	CH ₂ Cl	Me	H	H	2,6-Me ₂	0
9	CH ₂ Cl	Me	H	H	3,4-Me ₂	0
10	CH ₂ Cl	Me	H	H	3,5-Me ₂	0
11	CH ₂ Cl	Me	H	H	2,4,6-Me ₃	0
12	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-Et	0
13	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-Et	0
14	CH ₂ Cl	Me	H	H	4-Et	0
15	CH ₂ Cl	Me	H	H	2,6-Et ₂	0
16	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-Me, 6-Et	0
17	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-nPr	0
18	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-nPr	0
19	CH ₂ Cl	Me	H	H	4-nPr	0
20	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-iPr	0
21	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-iPr	0
22	CH ₂ Cl	Me	H	H	4-iPr	0
23	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-iBu	0
24	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-iBu	0
25	CH ₂ Cl	Me	H	H	4-iBu	0
26	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-sBu	0
27	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-sBu	0
28	CH ₂ Cl	Me	H	H	4-sBu	0
29	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-tBu	0
30	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-tBu	0
31	CH ₂ Cl	Me	H	H	4-tBu	0
32	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-nPen	0
33	CH ₂ Cl	Me	H	H	3,4-CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	0

11				12
34	CH ₂ Cl	Me	H H 2-Cl	0
35	CH ₂ Cl	Me	H H 3-Cl	0
36	CH ₂ Cl	Me	H H 4-Cl	0
37	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 3-Cl ₂	0
38	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 4-Cl ₂	0
39	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 5-Cl ₂	0
40	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 6-Cl ₂	0
41	CH ₂ Cl	Me	H H 3, 4-Cl ₂	0
42	CH ₂ Cl	Me	H H 3, 5-Cl ₂	0
43	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 3, 5-Cl ₃	0
44	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 4, 6-Cl ₃	0
45	CH ₂ Cl	Me	H H 3-Cl, 4-Me	0
46	CH ₂ Cl	Me	H H 3-Me, 4-Cl	0
47	CH ₂ Cl	Me	H H 2-Me, 3, 4-Cl ₂	0
48	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 4-Cl ₂ , 3-Me	0
49	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 5-Cl ₂ , 4-Me	0
50	CH ₂ Cl	Me	H H 2-Br	0
51	CH ₂ Cl	Me	H H 3-Br	0
52	CH ₂ Cl	Me	H H 4-Br	0
53	CH ₂ Cl	Me	H H 2-F	0
54	CH ₂ Cl	Me	H H 3-F	0
55	CH ₂ Cl	Me	H H 4-F	0
56	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 3-F ₂	0
57	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 4-F ₂	0
58	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 5-F ₂	0
59	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 6-F ₂	0
60	CH ₂ Cl	Me	H H 3, 4-F ₂	0
61	CH ₂ Cl	Me	H H 3, 5-F ₂	0
62	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 4, 6-F ₃	0
63	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 3, 4, 5, 6-F ₅	0
64	CH ₂ Cl	Me	H H 2-F, 3-Me	0
65	CH ₂ Cl	Me	H H 3-F, 4-Me	0
66	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 3, 5, 6-F ₄ , 4-Me	0
67	CH ₂ Cl	Me	H H 2-F, 3-Cl	0
68	CH ₂ Cl	Me	H H 2-Cl, 4-F	0
69	CH ₂ Cl	Me	H H 2-F, 4-Cl	0
70	CH ₂ Cl	Me	H H 2-Cl, 6-F	0
71	CH ₂ Cl	Me	H H 2-CF ₃	0
72	CH ₂ Cl	Me	H H 3-CF ₃	0
73	CH ₂ Cl	Me	H H 4-CF ₃	0
74	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 4-(CF ₃) ₂	0
75	CH ₂ Cl	Me	H H 3, 5-(CF ₃) ₂	0
76	CH ₂ Cl	Me	H H 2-F, 4-CF ₃	0
77	CH ₂ Cl	Me	H H 2-OMe	0
78	CH ₂ Cl	Me	H H 3-OMe	0
79	CH ₂ Cl	Me	H H 4-OMe	0
80	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 3-(OMe) ₂	0
81	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 4-(OMe) ₂	0
82	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 5-(OMe) ₂	0
83	CH ₂ Cl	Me	H H 2, 6-(OMe) ₂	0

13	14
84 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4-(OMe) ₂ 0
85 CH ₂ Cl	Me H H 3, 5-(OMe) ₂ 0
86 CH ₂ Cl	Me H H 2, 4, 6-(OMe) ₃ 0
87 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4, 5-(OMe) ₃ 0
88 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt 0
89 CH ₂ Cl	Me H H 3-OEt 0
90 CH ₂ Cl	Me H H 4-OEt 0
91 CH ₂ Cl	Me H H 2, 6-(OEt) ₂ 0
92 CH ₂ Cl	Me H H 2-OiPr 0
93 CH ₂ Cl	Me H H 3-OiPr 0
94 CH ₂ Cl	Me H H 4-OiPr 0
95 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe, 3-Me 0
96 CH ₂ Cl	Me H H 2-Me, 6-OMe 0
97 CH ₂ Cl	Me H H 3-Me, 4-OMe 0
98 CH ₂ Cl	Me H H 3-OMe, 4-Me 0
99 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt, 3-Me 0
100 CH ₂ Cl	Me H H 2-OiPr, 3-Me 0
101 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe, 3-Cl 0
102 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe, 4-Cl 0
103 CH ₂ Cl	Me H H 2-Cl, 5-OMe 0
104 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe, 5-Cl 0
105 CH ₂ Cl	Me H H 3-OMe, 4-Cl 0
106 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe, 3, 5-Cl ₂ 0
107 CH ₂ Cl	Me H H 2, 6-(OMe) ₂ , 3-Cl 0
108 CH ₂ Cl	Me H H 2-Cl, 3, 4-(OMe) ₂ 0
109 CH ₂ Cl	Me H H 3, 5-Cl ₂ , 4-OMe 0
110 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt, 3-Cl 0
111 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt, 4-Cl 0
112 CH ₂ Cl	Me H H 2-Cl, 5-OEt 0
113 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt, 5-Cl 0
114 CH ₂ Cl	Me H H 3-OEt, 4-Cl 0
115 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt, 3, 5-Cl ₂ 0
116 CH ₂ Cl	Me H H 2-OiPr, 4-Cl 0
117 CH ₂ Cl	Me H H 2-Cl, 5-OiPr 0
118 CH ₂ Cl	Me H H 2-OiPr, 5-Cl 0
119 CH ₂ Cl	Me H H 3-OiPr, 4-Cl 0
120 CH ₂ Cl	Me H H 2-F, 6-OMe 0
121 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt, 3-OMe 0
122 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt, 6-OMe 0
123 CH ₂ Cl	Me H H 2-OnPr, 3-OMe 0
124 CH ₂ Cl	Me H H 2-OiPr, 3-OMe 0
125 CH ₂ Cl	Me H H 2, 3-OCH ₂ O- 0
126 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4-OCH ₂ O- 0
127 CH ₂ Cl	Me H H 2, 3-OCH ₂ CH ₂ O- 0
128 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4-OCH ₂ CH ₂ O- 0
129 CH ₂ Cl	Me H H 2, 3-OCH ₂ CH ₂ CH ₂ O- 0
130 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4-OCH ₂ CH ₂ CH ₂ O- 0
131 CH ₂ Cl	Me H H 2-Me, 3, 4-OCH ₂ CH ₂ O- 0
132 CH ₂ Cl	Me H H 2, 3-OCHFO- 0
133 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4-OCHFO- 0

15				16		
134	CH ₂ Cl	Me	H	H	2, 3-OCF ₂ O-	0
135	CH ₂ Cl	Me	H	H	3, 4-OCF ₂ O-	0
136	CH ₂ Cl	Me	H	H	2, 3-OCH (Me) O-	0
137	CH ₂ Cl	Me	H	H	3, 4-OCH (Me) O-	0
138	CH ₂ Cl	Me	H	H	2, 3-OC (Me) ₂ O-	0
139	CH ₂ Cl	Me	H	H	3, 4-OC (Me) ₂ O-	0
140	CH ₂ Cl	Me	H	H	2, 3-OCH (Et) O-	0
141	CH ₂ Cl	Me	H	H	3, 4-OCH (Et) O-	0
142	CH ₂ Cl	Me	H	H	4-OCF ₃	0
143	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCHF ₂ , 3-Me	0
144	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCHF ₂ , 4-Me	0
145	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCHF ₂ , 5-Me	0
146	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-OCHF ₂ , 4-Me	0
147	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCHF ₂ , 3-Cl	0
148	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-Cl, 5-OCHF ₂	0
149	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCHF ₂ , 5-Cl	0
150	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-OCHF ₂ , 4-Cl	0
151	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-CH ₂ OMe	0
152	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-CH ₂ OEt	0
153	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-CH ₂ OCH ₂ CF ₃	0
154	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-CH ₂ OCH ₂ CF ₃	0
155	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCH ₂ CH ₂ OMe	0
156	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-OCH ₂ CH ₂ OMe	0
157	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCH ₂ CH (OMe) ₂	0
158	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-OCH ₂ CH (OMe) ₂	0
159	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCH ₂ CH (-OCH ₂ CH ₂ O-)	0
160	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-OCH ₂ CH (-OCH ₂ CH ₂ O-)	0
161	CH ₂ Cl	Me	Me	H	m=0	0
162	CH ₂ Cl	Me	Me	Me	m=0	0
163	CH ₂ Cl	Me	Et	H	m=0	0
164	CH ₂ Cl	Me	Et	Et	m=0	0
165	CH ₂ Cl	Me	iPr	H	m=0	0
166	CH ₂ Cl	Me	Me	H	2-Me	0
167	CH ₂ Cl	Me	H		α, 2-CH ₂ CH ₂ O-	0
168	CH ₂ Cl	Me	H		α, 2-CH ₂ CH ₂ -	0
169	CH ₂ Cl	Me	H		α, 2-CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	0
170	CH ₂ CH ₂ Cl	Me	H	H	m=0	0
171	CHCl ₂	Me	H	H	m=0	0
172	CCl ₄	Me	H	H	m=0	0
173	CH ₂ Br	Me	H	H	m=0	0
174	CH ₂ CH ₂ Br	Me	H	H	m=0	0
175	CHBr ₂	Me	H	H	m=0	0
176	CH ₂ F	Me	H	H	m=0	0
177	CH ₂ CH ₂ F	Me	H	H	m=0	0
178	CHF ₃	Me	H	H	m=0	0
179	CF ₄	Me	H	H	m=0	0
180	CH ₂ CF ₃	Me	H	H	m=0	0
181	CH ₂ Cl	Et	H	H	m=0	0
1001	CH ₂ Cl	Me	H	H	Ph	1
2001	CH ₂ Cl	Me	H	H	m=0	2

17				18
2002	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Me 2
2003	CH ₂ Cl	Me	H H	3-Me 2
2004	CH ₂ Cl	Me	H H	4-Me 2
2005	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-Me ₂ 2
2006	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 4-Me ₂ 2
2007	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 5-Me ₂ 2
2008	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 6-Me ₂ 2
2009	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-Me ₂ 2
2010	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 5-Me ₂ 2
2011	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 4, 6-Me ₃ 2
2012	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Et 2
2013	CH ₂ Cl	Me	H H	3-Et 2
2014	CH ₂ Cl	Me	H H	4-Et 2
2015	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 6-Et ₂ 2
2016	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Me, 6-Et 2
2017	CH ₂ Cl	Me	H H	2-nPr 2
2018	CH ₂ Cl	Me	H H	3-nPr 2
2019	CH ₂ Cl	Me	H H	4-nPr 2
2020	CH ₂ Cl	Me	H H	2-iPr 2
2021	CH ₂ Cl	Me	H H	3-iPr 2
2022	CH ₂ Cl	Me	H H	4-iPr 2
2023	CH ₂ Cl	Me	H H	2-iBu 2
2024	CH ₂ Cl	Me	H H	3-iBu 2
2025	CH ₂ Cl	Me	H H	4-iBu 2
2026	CH ₂ Cl	Me	H H	2-sBu 2
2027	CH ₂ Cl	Me	H H	3-sBu 2
2028	CH ₂ Cl	Me	H H	4-sBu 2
2029	CH ₂ Cl	Me	H H	2-tBu 2
2030	CH ₂ Cl	Me	H H	3-tBu 2
2031	CH ₂ Cl	Me	H H	4-tBu 2
2032	CH ₂ Cl	Me	H H	2-nPen 2
2033	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ - 2
2034	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Cl 2
2035	CH ₂ Cl	Me	H H	3-Cl 2
2036	CH ₂ Cl	Me	H H	4-Cl 2
2037	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-Cl ₂ 2
2038	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 4-Cl ₂ 2
2039	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 5-Cl ₂ 2
2040	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 6-Cl ₂ 2
2041	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-Cl ₂ 2
2042	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 5-Cl ₂ 2
2043	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3, 5-Cl ₃ 2
2044	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 4, 6-Cl ₃ 2
2045	CH ₂ Cl	Me	H H	3-Cl, 4-Me 2
2046	CH ₂ Cl	Me	H H	3-Me, 4-Cl 2
2047	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Me, 3, 4-Cl ₂ 2
2048	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 4-Cl ₂ , 3-Me 2
2049	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 5-Cl ₂ , 4-Me 2
2050	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Br 2
2051	CH ₂ Cl	Me	H H	3-Br 2

19	20
2052 CH ₂ Cl	Me H H 4-Br 2
2053 CH ₂ Cl	Me H H 2-F 2
2054 CH ₂ Cl	Me H H 3-F 2
2055 CH ₂ Cl	Me H H 4-F 2
2056 CH ₂ Cl	Me H H 2, 3-F ₂ 2
2057 CH ₂ Cl	Me H H 2, 4-F ₂ 2
2058 CH ₂ Cl	Me H H 2, 5-F ₂ 2
2059 CH ₂ Cl	Me H H 2, 6-F ₂ 2
2060 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4-F ₂ 2
2061 CH ₂ Cl	Me H H 3, 5-F ₂ 2
2062 CH ₂ Cl	Me H H 2, 4, 6-F ₃ 2
2063 CH ₂ Cl	Me H H 2, 3, 4, 5, 6-F ₅ 2
2064 CH ₂ Cl	Me H H 2-F, 3-Me 2
2065 CH ₂ Cl	Me H H 3-F, 4-Me 2
2066 CH ₂ Cl	Me H H 2, 3, 5, 6-F ₄ , 4-Me 2
2067 CH ₂ Cl	Me H H 2-F, 3-Cl 2
2068 CH ₂ Cl	Me H H 2-Cl, 4-F 2
2069 CH ₂ Cl	Me H H 2-F, 4-Cl 2
2070 CH ₂ Cl	Me H H 2-Cl, 6-F 2
2071 CH ₂ Cl	Me H H 2-CF ₃ 2
2072 CH ₂ Cl	Me H H 3-CF ₃ 2
2073 CH ₂ Cl	Me H H 4-CF ₃ 2
2074 CH ₂ Cl	Me H H 2, 4-(CF ₃) ₂ 2
2075 CH ₂ Cl	Me H H 3, 5-(CF ₃) ₂ 2
2076 CH ₂ Cl	Me H H 2-F, 4-CF ₃ 2
2077 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe 2
2078 CH ₂ Cl	Me H H 3-OMe 2
2079 CH ₂ Cl	Me H H 4-OMe 2
2080 CH ₂ Cl	Me H H 2, 3-(OMe) ₂ 2
2081 CH ₂ Cl	Me H H 2, 4-(OMe) ₂ 2
2082 CH ₂ Cl	Me H H 2, 5-(OMe) ₂ 2
2083 CH ₂ Cl	Me H H 2, 6-(OMe) ₂ 2
2084 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4-(OMe) ₂ 2
2085 CH ₂ Cl	Me H H 3, 5-(OMe) ₂ 2
2086 CH ₂ Cl	Me H H 2, 4, 6-(OMe) ₃ 2
2087 CH ₂ Cl	Me H H 3, 4, 5-(OMe) ₃ 2
2088 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt 2
2090 CH ₂ Cl	Me H H 4-OEt 2
2091 CH ₂ Cl	Me H H 2, 6-(OEt) ₂ 2
2092 CH ₂ Cl	Me H H 2-OiPr 2
2093 CH ₂ Cl	Me H H 3-OiPr 2
2094 CH ₂ Cl	Me H H 4-OiPr 2
2095 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe, 3-Me 2
2096 CH ₂ Cl	Me H H 2-Me, 6-OMe 2
2097 CH ₂ Cl	Me H H 3-Me, 4-OMe 2
2098 CH ₂ Cl	Me H H 3-OMe, 4-Me 2
2099 CH ₂ Cl	Me H H 2-OEt, 3-Me 2
2100 CH ₂ Cl	Me H H 2-OiPr, 3-Me 2
2101 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe, 3-Cl 2
2102 CH ₂ Cl	Me H H 2-OMe, 4-Cl 2

21				22
2103	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Cl, 5-OMe 2
2104	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OMe, 5-Cl 2
2105	CH ₂ Cl	Me	H H	3-OMe, 4-Cl 2
2106	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OMe, 3, 5-Cl ₂ 2
2107	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 6-(OMe) ₂ , 3-Cl 2
2108	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Cl, 3, 4-(OMe) ₂ 2
2109	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 5-Cl ₂ , 4-OMe 2
2110	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OEt, 3-Cl 2
2111	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OEt, 4-Cl 2
2112	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Cl, 5-OEt 2
2113	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OEt, 5-Cl 2
2114	CH ₂ Cl	Me	H H	3-OEt, 4-Cl 2
2115	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OEt, 3, 5-Cl ₂ 2
2116	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OiPr, 4-Cl 2
2117	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Cl, 5-OiPr 2
2119	CH ₂ Cl	Me	H H	3-OiPr, 4-Cl 2
2120	CH ₂ Cl	Me	H H	2-F, 6-OMe 2
2121	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OEt, 3-OMe 2
2122	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OEt, 6-OMe 2
2123	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OnPr, 3-OMe 2
2124	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OiPr, 3-OMe 2
2125	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-OCH ₂ O- 2
2126	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-OCH ₂ O- 2
2127	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-OCH ₂ CH ₂ O- 2
2128	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-OCH ₂ CH ₂ O- 2
2129	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-OCH ₂ CH ₂ CH ₂ O- 2
2130	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-OCH ₂ CH ₂ CH ₂ O- 2
2131	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Me, 3, 4-OCH ₂ CH ₂ O- 2
2132	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-OCHF O- 2
2133	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-OCHF O- 2
2134	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-OCF ₃ O- 2
2135	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-OCF ₃ O- 2
2136	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-OCH (Me) O- 2
2137	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-OCH (Me) O- 2
2138	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-OC (Me) O- 2
2139	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-OC (Me) O- 2
2140	CH ₂ Cl	Me	H H	2, 3-OCH (Et) O- 2
2141	CH ₂ Cl	Me	H H	3, 4-OCH (Et) O- 2
2142	CH ₂ Cl	Me	H H	4-OCF ₃ 2
2143	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OCHF ₂ , 3-Me 2
2144	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OCHF ₂ , 4-Me 2
2145	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OCHF ₂ , 5-Me 2
2146	CH ₂ Cl	Me	H H	3-OCHF ₂ , 4-Me 2
2147	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OCHF ₂ , 3-Cl 2
2148	CH ₂ Cl	Me	H H	2-Cl, 5-OCHF ₂ 2
2149	CH ₂ Cl	Me	H H	2-OCHF ₂ , 5-Cl 2
2150	CH ₂ Cl	Me	H H	3-OCHF ₂ , 4-Cl 2
2151	CH ₂ Cl	Me	H H	2-CH ₂ OMe 2
2152	CH ₂ Cl	Me	H H	2-CH ₂ OEt 2
2153	CH ₂ Cl	Me	H H	2-CH ₂ OCH ₂ CF ₃ 2

23				24		
2154	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-CH ₂ OCH ₂ CF ₃	2
2155	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCH ₂ CH ₂ OMe	2
2156	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-OCH ₂ CH ₂ OMe	2
2157	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCH ₂ CH (OMe) ₂	2
2158	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-OCH ₂ CH (OMe) ₂	2
2159	CH ₂ Cl	Me	H	H	2-OCH ₂ CH (-OCH ₂ CH ₂ O-)	2
2160	CH ₂ Cl	Me	H	H	3-OCH ₂ CH (-OCH ₂ CH ₂ O-)	2
2161	CH ₂ Cl	Me	Me	H	m=0	2
2162	CH ₂ Cl	Me	Me	Me	m=0	2
2163	CH ₂ Cl	Me	Et	H	m=0	2
2164	CH ₂ Cl	Me	Et	Et	m=0	2
2165	CH ₂ Cl	Me	iPr	H	m=0	2
2166	CH ₂ Cl	Me	Me	H	2-Me	2
2167	CH ₂ Cl	Me	H		α, 2-CH ₂ CH ₂ O-	2
2168	CH ₂ Cl	Me	H		α, 2-CH ₂ CH ₂ -	2
2169	CH ₂ Cl	Me	H		α, 2-CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	2
2170	CH ₂ CH ₂ Cl	Me	H	H	m=0	2
2171	CHCl ₂	Me	H	H	m=0	2
2172	CCl ₃	Me	H	H	m=0	2
2173	CH ₂ Br	Me	H	H	m=0	2
2174	CH ₂ CH ₂ Br	Me	H	H	m=0	2
2175	CHBr ₂	Me	H	H	m=0	2
2177	CH ₂ CH ₂ F	Me	H	H	m=0	2
2178	CHF ₂	Me	H	H	m=0	2
2179	CF ₃	Me	H	H	m=0	2
2180	CH ₂ CF ₃	Me	H	H	m=0	2
2181	CH ₂ Cl	Et	H	H	m=0	2

上記の例示化合物中、好適なものとしては、2001, 2002, 2003, 2005, 2006, 2007, 2008, 2009, 2010, 2011, 2012, 2020, 2035, 2040, 2051, 2053, 2054, 2055, 2056, 2057, 2058, 2059, 2060, 2061, 2064, 2068, 2070, 2071, 2072, 2077, 2078, 2080, 2082, 2083, 2088, 2089, 2092, 2095, 2097, 2098, 2099, 2101, 2102, 2104, 2105, 2107, 2111, 2113, 2114, 2120, 2121, 2125, 2126, 2127, 2143, 2145, 2151, 2152, 2161, 2166 の化合物を挙げることができる。

【0036】更に好適なものとしては、2002, 2005, 2008, 2012, 2054, 2071, 2077, 2088, 2099, 2102, 2125, 2127, 216*

* 6の化合物を挙げることができる。

30 【0037】最も好適なものとしては、2012, 2102, 2125 の化合物を挙げることができる。

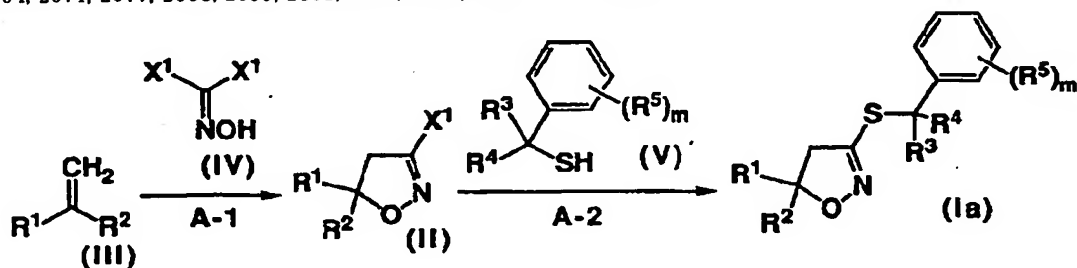
【0038】

【発明の実施の形態】本発明の一般式(I)を有するイソオキサゾリン誘導体は、以下に記載する方法によって製造することができる。

【0039】A工程

【0040】

【化8】



【0041】上記工程中、R¹、R²、R³、R⁴、R⁵及びmは前記と同意義を示し、X¹はハロゲン原子を示す。X¹は、好適には塩素原子である。

【0042】A工程は一般式(I)においてnが0であ 50

る化合物(Ia)を製造する方法である。

【0043】A-1工程は、イソオキサゾリン環3位にハロゲン原子が置換した一般式(II)を有する化合物を製造する工程で、一般式(III)を有する化合物

を、不活性溶剤中、塩基存在下に、一般式 (I V) を有する化合物と反応させることにより、達成される。

【0044】なお、化合物 (I I I) は、例えば、テトラヘドロン、49巻、第4117ページ、1993年 (Tetrahedron 49, 4117 (1993)) 記載の化合物であり、市販のものを用いるか、又はウィッティッヒ (Wittig) 反応等の公知の方法により製造される。また、化合物 (I V) は、例えば、リービッヒ・アンナーレン・ケミー、第985ページ、1989年 (Liebigs Annalen der Chemie 985 (1989)) 記載の化合物であり、市販のものを用いるか、又は当該文献記載の方法に準じて製造される。

【0045】A-1工程に使用される塩基としては、化合物 (I V) からニトリルオキシドを発生させる強さの塩基であれば特に限定はないが、好適には、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウムのようなアルカリ金属炭酸水素塩；水酸化ナトリウム、水酸化カリウムのようなアルカリ金属水酸化物；水酸化カルシウム、水酸化マグネシウムのようなアルカリ土類金属水酸化物；炭酸ナトリウム、炭酸カリウムのようなアルカリ金属炭酸塩；酢酸ナトリウム、酢酸カリウムのようなアルカリ金属酢酸塩；フッ化ナトリウム、フッ化カリウムのようなアルカリ金属フッ素化塩；トリエチルアミン、エチルジイソプロピルアミン、トリブチルアミンのような三級低級アルキルアミン；1, 8-ジアザビシクロ [5. 4. 0] ウンデカン-7-エン (DBU)、1, 4-ジアザビシクロ [2. 2. 2] オクタン (DABCO) のような三級脂環式アミン類を挙げることができる。

【0046】使用される溶剤としては、反応を阻害せず、出発物質をある程度溶解するものであれば特に限定はないが、好適には、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、ジエチルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフランのようなエーテル類；塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタンのようなハロゲン化炭化水素類；ベンゼン、トルエンのような芳香族炭化水素類、酢酸エチル、酢酸ブチルのような酢酸エステル類；アセトニトリルのようなニトリル類；上記有機溶剤と水との混合溶剤；水を挙げることができる。

【0047】反応温度および反応時間は、原料化合物、溶剤並びに塩基の種類により異なるが、反応温度は、通常0℃乃至150℃、好適には15℃乃至80℃であり、反応時間は、通常15分乃至24時間、好適には30分乃至8時間である。

【0048】A-2工程は、一般式 (I a) を有する化合物を製造する工程で、不活性溶剤中、塩基を用いて、一般式 (V) を有するメルカプタン化合物を、A-1工

* 程により製造した一般式 (I I) を有する化合物と反応させることにより、達成される。

【0049】なお、化合物 (V) は、例えば、シンセティック・コミュニケーションズ、16巻、第1173ページ、1986年 (Synthetic Communications 16, 1173 (1986)) 記載の方法で合成できるハロゲン化化合物を原料として、例えば、ジャーナル・オブ・アメリカン・ケミカル・ソサエティー、62巻、第2674ページ、1940年 (Journal of American Chemical Society 62, 2674 (1940)) 記載の方法を用いて得られる化合物である。

【0050】使用される塩基としては、優先的にチオール類のプロトンを脱離させる強さの塩基であれば特に限定はないが、好適には、水素化ナトリウム、水素化カリウム、水素化リチウムのようなアルカリ金属水素化物；ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド、カリウム α -ブトキシドのようなアルカリ金属アルコキシド；ナトリウムアミド、リチウムイソプロピルアミドのようなアルカリ金属アミド；トリエチルアミン、エチルジイソプロピルアミン、トリブチルアミンのような三級低級アルキルアミン；1, 8-ジアザビシクロ [5. 4. 0] ウンデカン-7-エン (DBU)；1, 4-ジアザビシクロ [2. 2. 2] オクタン (DABCO) のような三級脂環式アミン類を挙げることができる。

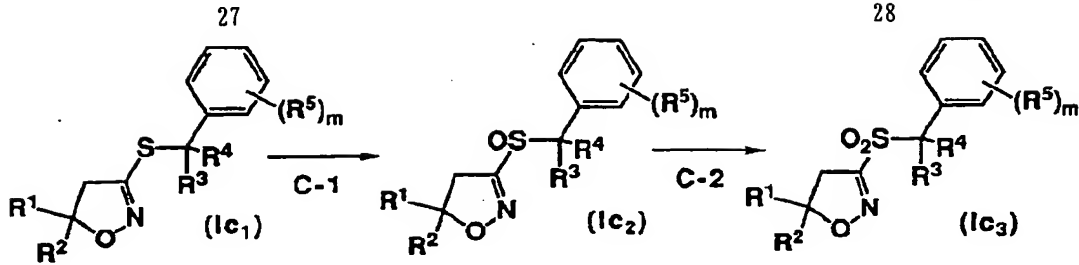
【0051】使用される溶剤としては、反応を阻害せず、出発物質をある程度溶解するものであれば特に限定はないが、好適には、ジオキサン、テトラヒドロフランのようなエーテル類；塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタンのようなハロゲン化炭化水素類；ベンゼン、トルエンのような芳香族炭化水素類；N, N-ジメチルアセトアミド、N, N-ジメチルホルムアミド、N-メチル-2-ピロリジノンのようなアミド類；メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、イソブタノール、 α -ブタノールのようなアルコール類；アセトン、2-ブタノンのようなケトン類；アセトニトリルのようなニトリル類；ジメチルスルホキシドのようなスルホキシド類；及びこれらの溶剤の混合溶剤を挙げることができる。

【0052】反応温度および反応時間は、原料化合物、溶剤並びに塩基の種類により異なるが、反応温度は、通常0℃乃至150℃、好適には0℃乃至80℃であり、反応時間は通常15分乃至24時間、好適には30分乃至8時間である。

【0053】C工程

【0054】

【化9】



【0055】上記工程中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 及び m は前記と同意義を示す。

【0056】C工程は、一般式(I)において、 n が1である化合物(Ic2)、及び、一般式(I)において、 n が2である化合物(Ic3)を製造する方法である。

【0057】C-1工程及びC-2工程は、一般式(Ic2)を有する化合物、及び、一般式(Ic3)を有する化合物を製造する工程で、不活性溶剤中、酸化剤を用いて、一般式(I)において n が0である化合物(Ic1)の酸化反応を行うことにより、達成される。

【0058】化合物(Ic1)は、上記A工程、下記E工程及びI工程により製造される。使用される酸化剤としては、スルフィド類及びスルホキシド類を酸化できる強さの酸化剤であれば特に限定はないが、好適には、 m -クロロ過安息香酸、過辛酸、過酢酸のような有機過酸化化合物；過酸化水素、過マンガン酸カリウム、過ヨウ素酸ナトリウムのような無機過酸化化合物を挙げることができる。

【0059】酸化剤はC-1、C-2工程共、基質に対し1.0乃至1.1当量使用されるが、スルホキシド類(Ic2)を単離することなくスルホン類(Ic3)を直接得るには、化合物(Ic1)に対し、酸化剤を2.0乃至3.0当量使用することにより達成される。

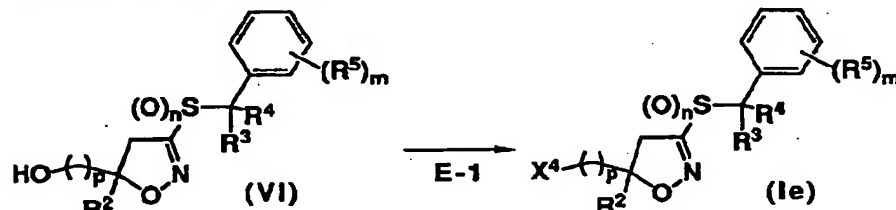
*【0060】使用される溶剤としては、反応を阻害せず、出発物質をある程度溶解するものであれば特に限定はないが、好適には、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタンのようなハロゲン化炭化水素類；テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジエチルエーテルのようなエーテル類；アセトン、2-ブタノールのようなケトン類；メタノール、エタノール、 t -ブタノールのようなアルコール類；N、N-ジメチルアセトアミド、N、N-ジメチルホルムアミド、N-メチル-2-ピロリジノンのようなアミド類；アセトニトリルのようなニトリル類；酢酸；水；水と上記有機溶剤との混合溶剤を挙げることができる。

【0061】反応温度および反応時間は、原料化合物、溶剤、酸化剤及び目的化合物の種類により異なるが、目的物が化合物(Ic2)の場合、反応温度は、通常-20℃乃至50℃、好適には-5℃乃至10℃であり、反応時間は通常10分乃至5時間、好適には、30分乃至2時間であり、目的物が化合物(Ic3)の場合、反応温度は、通常0℃乃至100℃、好適には10℃乃至60℃であり、反応時間は通常15分乃至2日間、好適には30分乃至1日間である。

【0062】E工程

【0063】

【化10】



【0064】上記工程中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 m 及び n は前記と同意義を示し、 p は1乃至6を示し、 X^4 はハロゲン原子を示す。

【0065】E工程は、一般式(I)において、 R^1 がハロゲン原子1個により置換された低級アルキル基である化合物(Ie)を製造する方法である。

【0066】E-1工程は、一般式(Ie)を有する化合物を製造する工程で、不活性溶剤中、ハロゲン化剤を用いて、化合物(VI)をハロゲン化反応させることにより、達成される。

【0067】化合物(VI)は、上記A工程及びC工程に準じて製造される。

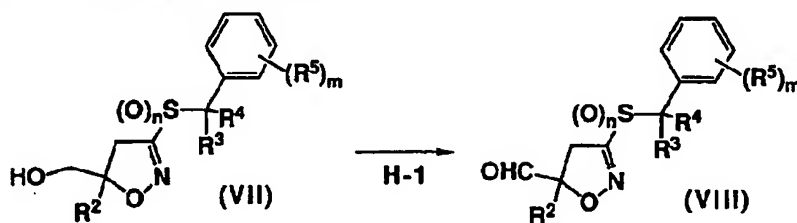
【0068】使用されるハロゲン化剤としては、アルキ

ルアルコール類をハロゲン化させるものであれば特に限定はないが、好適には、臭素、N-ブロモスクシンイミド(NBS)、五臭化リン、塩素、N-クロロスクシンイミド(NCS)、五塩化リン、スルフリルクロリド、チオニルクロリド、四塩化炭素-トリフェニルホスフィンを挙げることができる。

【0069】反応は、塩基存在下促進される。使用される塩基としては、トリエチルアミン、エチルジイソプロピルアミン、トリブチルアミンのような三級低級アルキルアミン；1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデカン-7-エン(DBU)；1,4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタン(DABCO)のような三級脂環式アミン類；N、N-ジメチルアニリン、N、N-ジ

エチルアニリンのような三級アニリン類を挙げることができる。

【0070】使用される溶剤としては、反応を阻害せず、出発物質をある程度溶解するものであれば特に限定はないが、好適には、ベンゼン、トルエンのような芳香族炭化水素類；塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタンのようなハロゲン化炭化水素類；テトラヒドロフラン、i-プロピルエーテル、ジオキサン、エチルエーテルのようなエーテル類；ピリジンのような塩基類；及びこれらの溶剤の混合溶剤を挙げること* 10



【0074】上記工程中、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 m 及び n は前記と同意義を示す。

【0075】H工程は、イソオキサゾリン環5位にホルミル基を有する化合物(VIII)を製造する方法である。

【0076】H-1工程は、一般式(VIII)を有する化合物を製造する工程で、不活性溶剤中、酸化剤を用いて、イソオキサゾリン環5位にヒドロキシメチル基を有する化合物(VII)を酸化することにより、達成される。

【0077】化合物(VII)は、上記A工程及びC工程に準じて製造される。

【0078】使用される酸化剤としては、比較的温和な酸化剤であれば特に限定はないが、好適には、N,N-ジメチルスルホキシドに対し、ジシクロヘキシルアミド、オキサリルクロリド、ホスゲン、クロロ蟻酸エステル、無水酢酸、五酸化リン、ピリジン-無水硫酸との錯体、メチルスルフィドとN-クロロスクシンイミドあるいは塩素などの塩素化剤とから生じるスルホニウム塩(DMSO酸化)；クロム酸のようなクロム酸塩；プラチナのような金属触媒存在下の酸素；過マンガン酸カリウムのような過マンガン酸塩；次亜塩素酸ナトリウム、t-ブチルハイポクロライトのような次亜塩素酸化合物；オキシソンのようなパーオキシサルフェート；四酸化ルテニウム及び反応系中でそれを発生させ得るルテニウム塩類；次亜塩素酸ナトリウムと2, 2, 6, 6-テト*

*ができる。

【0071】反応温度および反応時間は、原料化合物、溶剤並びにハロゲン化剤の種類により異なるが、反応温度は、通常-20℃乃至150℃、好適には0℃乃至80℃であり、反応時間は、通常5分乃至24時間、好適には10分乃至4時間である。

【0072】H工程

【0073】

【化11】

※ラメチルー1-ピペリジニルオキシフリーラジカルの組み合わせからなるオキソアンモニウム塩を挙げることができる。

【0079】酸化剤の当量是用いる条件によって大きく変わるが、DMSO酸化であれば、基質に対し、オキサリルクロリド1乃至5当量、N,N-ジメチルスルホキシド1乃至10当量とすることができる。

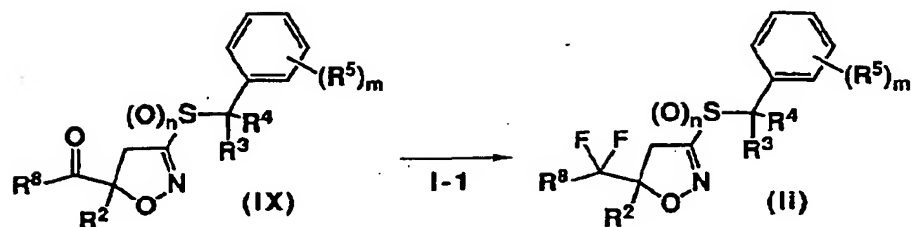
【0080】使用される溶剤としては、反応を阻害せず、出発物質をある程度溶解するものであれば特に限定はないが、好適には、ジオキサン、テトラヒドロフラン、エーテル、ジメトキシエタンのようなエーテル類；塩化メチレン、クロロホルム、ジクロロエタンのようなハロゲン化炭化水素類；ベンゼン、トルエン、キシレンのような芳香族炭化水素類；アセトン、2-ブタノンのようなケトン類；アセトニトリルのようなニトリル類；酢酸エチル、酢酸ブチルのようなエステル類；及びこれらの溶剤の混合溶剤を挙げることができる。

【0081】反応温度および反応時間は、原料化合物、溶剤及び酸化剤の種類により異なるが、反応温度は、通常-80℃乃至200℃、好適には-70℃乃至150℃であり、反応時間は、通常10分乃至3日間、好適には30分乃至24時間である。

【0082】I工程

【0083】

【化12】



【0084】上記工程中、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 m 及び n は前記と同意義を示し、 R^6 は水素原子または炭素数1乃至5個の低級アルキル基を示す。

【0085】I工程は、一般式(I)において、 R^1 が2個の弗素原子で置換された低級アルキル基である化合物(II)を製造する方法である。

【0086】I-1工程は、一般式(II)を有する化合物を製造する工程で、不活性溶剤中、弗素化剤を用いて、一般式(IX)を有するアルデヒド類またはケトン類を弗素化反応させることにより、達成される。

【0087】化合物(IX)は、上記A工程、C工程及びH工程に準じて製造される。

【0088】使用される弗素化剤としては、カルボニル酸素を弗素原子で置き換えるものであれば特に限定はないが、好適には、ジエチルアミノサルファートリフルオリド(DAST)、ジメチルアミノサルファートリフルオリドのようなジアルキルアミノサルファートリフルオリド類；四弗化硫黄を挙げることができる。

【0089】使用される溶剤としては、反応を阻害せず、出発物質をある程度溶解するものであれば特に限定はないが、好適には、ジオキサン、テトラヒドロフランのようなエーテル類；トリクロロフルオロメタン、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタンのようなハロゲン化炭化水素類；ベンゼン、トルエンのような芳香族炭化水素類；イソオクタンのような炭化水素類；及びこれらの溶剤の混合溶剤を挙げることができる。

【0090】反応温度および反応時間は、原料化合物、溶剤及び弗素化剤の種類により異なるが、反応温度は、通常 -78°C 乃至 200°C 、好適には -60°C 乃至 80°C であり、反応時間は、通常5分乃至7日間、好適には10分乃至10時間である。

【0091】上記各反応工程終了後、各工程の目的化合物は常法に従って反応混合物から採取することができる。例えば、反応混合物を適宜中和し、又、不純物が存在する場合には濾過により除去した後、水と混和しない有機溶媒を加え、水洗後、溶剤を留去することによって得られる。得られた目的化合物は必要ならば、常法、例えば再結晶、再沈殿又はクロマトグラフィー等によって更に精製できる。

【0092】本発明の化合物は、担体及び必要に応じて他の補助剤と混合して、除草剤として通常用いられる製

剤形態、例えば粉剤、粗粉剤、粒剤、顆粒剤、水和剤、水溶剤、乳剤、液剤等に調製して使用される。ここでいう担体とは、有効成分化合物の植物への到達性を助け又は有効成分の貯蔵、輸送若しくは取り扱いを容易にするために除草剤中に混合される、合成又は天然の無機又は有機物質を意味する。

【0093】適当な固体担体としては、例えば、カオリナイト群、モンモリロナイト群、アタパルジャイト群等で代表されるクレイ類、タルク、雲母、葉ロウ石、軽石、バーミキュライト、石膏、ドロマイト、けいそう土、マグネシウム石灰、燐石灰、ゼオライト、無水ケイ酸、合成ケイ酸カルシウム、カオリン、ベントナイト、炭酸カルシウム等の無機物質、大豆粉、タバコ粉、クルミ粉、小麦粉、木粉、澱粉、結晶セルロース等の植物性有機物質、クマロン樹脂、石油樹脂、アルキド樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリアルキレングリコール、ケトン樹脂、エステルガム、コーパルガム、ダンマルガム等の合成又は天然の高分子化合物、カルナバロウ、パラフィンロウ、蜜ロウ等のワックス類或は尿素等を挙げることができる。

【0094】適当な液体担体としては、例えば、ケロシン、鉱油、スピンドル油、ホワイトオイル等のパラフィン系若しくはナフテン系炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、クメン、メチルナフタレン等の芳香族炭化水素、四塩化炭素、クロロホルム、トリクロロエチレン、モノクロルベンゼン、クロルトルエン等の塩素化炭化水素、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン、アセトフェノン、イソホロン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸アミル、エチレングリコールアセテート、ジエチレングリコールアセテート、マレイン酸ジブチル、コハク酸ジエチル等のエステル類、メタノール、 n -ヘキサノール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール等のアルコール類、エチレングリコールエチルエーテル、エチレングリコールフェニルエーテル、ジエチレングリコールエチルエーテル、ジエチレングリコールブチルエーテル等のエーテルアルコール類、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の極性溶媒或は水等を挙げることができる。

【0095】乳化、分散、湿潤、拡張、結合、崩壊性調節、有効成分安定化、流動性改良、防錆、植物への吸収

促進等の目的で使用される界面活性剤は、イオン性でも非イオン性でもよい。

【0096】適当な非イオン性界面活性剤としては、例えば、脂肪酸の蔗糖エステル、ラウリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等の高級脂肪酸アルコールの酸化エチレン重合付加物、イソオクチルフェノール、ノニルフェノール等のアルキルフェノールの酸化エチレン重合付加物、ブチルナフトール、オクチルナフトール等のアルキルナフトールの酸化エチレン重合付加物、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸等の高級脂肪酸の酸化エチレン重合付加物、ステアリル磷酸ジラウリル磷酸等のモノ若しくはジアルキル磷酸の酸化エチレン重合付加物、ドデシルアミン、ステアリン酸アミド等の高級脂肪酸アミンの酸化エチレン重合付加物、ソルビタン等の多価アルコールの高級脂肪酸エステル及びその酸化エチレン重合付加物並びに酸化エチレンと酸化プロピレンの共重合体等を挙げることができる。

【0097】適当な陰イオン性界面活性剤としては、例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、オレイルアルコール硫酸エステルアミン塩等のアルキル硫酸エステル塩、スルホコハク酸ジオクチルエステルナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム等の脂肪酸塩類、イソプロピルナフタレンスルホン酸ナトリウム、メチレンビスナフタレンスルホン酸ナトリウム、リグニンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等のアルキルアリールスルホン酸塩等を挙げることができる。

【0098】適当な陽イオン性界面活性剤としては、例えば、高級脂肪酸アミン、第4級アンモニウム塩類、アルキルピリジニウム塩類等を挙げることができる。

【0099】さらに、本発明の除草剤には、製剤の性状を改善し生物効果を高める目的で、他の成分として、例えば、ゼラチン、アラビアゴム、カゼイン、アルブミン、ニカワ、アルギン酸ソーダ、ポリビニルアルコール、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース等の高分子化合物、ポリリン酸ナトリウム、ベントナイト等のチキソトロピー剤及びその他の補助剤を含有することもある。

【0100】上記の担体及び種々の補助剤は製剤の剤型適用場面を考慮して、目的に応じてそれぞれ単独に或は組み合わせられて適宜使用される。

【0101】粉剤は有効成分化合物を通常2乃至10重量部含有し、残部は固体担体である。

【0102】水和剤は有効成分を通常10乃至80重量部含有し、残部は固体担体、分散湿潤剤であって、必要に応じて保護コロイド剤、チキソトロピー剤、消泡剤等が加えられる。

【0103】粒剤は有効成分化合物を通常0.1乃至10重量部含有し、残部は大部分が固体担体である。有効成分化合物は固体担体と均一に混合されているか或は固

体担体の表面に均一に固着若しくは吸着されており、粒の径は約0.2乃至1.5mm程度である。

【0104】乳剤は有効成分を通常1乃至50重量部含有しており、これに約5乃至20重量部の乳剤が含まれ、残部は液体担体であり、必要に応じて防錆剤が加えられる。

【0105】このようにして種々の剤型に調製された本発明の化合物を、例えば、水田において雑草の発芽前又は発芽後に土壌処理するときは、10aあたり有効成分として1乃至1000g好ましくは10乃至300gを処理することにより、有効に雑草を駆除することができる。

【0106】更に、畑地において雑草の発芽前に土壌処理、又は発芽後に茎葉処理するときは、10aあたり有効成分として1乃至1000g好ましくは10乃至300gを処理することにより、有効に雑草を駆除することができる。

【0107】本発明の除草剤に対して、殺草スペクトラムを広げるために他の除草剤が配合されることは好ましく、場合によっては相乗効果を期待することもできる。

【0108】本発明の除草剤は、もちろん他の植物成長調節剤、殺菌剤、殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤又は肥料等と混合して使用することができる。

【0109】以下に本発明除草剤の実施例及び製剤例を示し具体的に説明するが、本発明はこれらに限られるものではない。

【0110】

【実施例】

【0111】

【実施例1】

3-ベンジルチオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (化合物番号1) (A工程)

(1) 3-クロロ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (A-1工程)
2-ヒドロキシイミノ酢酸43.2gとN-クロロスクシンイミド129.6gをジメトキシエタン400mlに溶解し、油浴中80℃に加熱、攪拌した。3分後、油浴を取り除き、室温まで放冷した。この溶液に、メタリルクロリド48ml、炭酸水素カリウム194.4g、水8mlを順に加え、室温で8時間攪拌した。反応溶液にヘキサンを加えた後、セライトを用いて吸引濾過した。濾液の有機溶媒を留去した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (ヘキサン：酢酸エチル=30:1) により精製し、標記化合物51.6g (64%) を油状物として得た。

【0112】¹H-NMR (CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 3.14 (2H, ABq, J=17.5, Δν=76.4Hz), 3.57 (2H, ABq, J=11.4Δν=16.0Hz) ppm

(2) 3-ベンジルチオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (A-2工程)

35

(1) で得られた 3-クロロ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン 176. 1mg とベンジルメルカプタン 0. 35ml をテトラヒドロフラン: N, N-ジメチルホルムアミド = 8: 1 の混合溶媒 9ml に溶解し、室温で 60% 水素化ナトリウム 125mg を少しずつ加えた。室温で 3 時間攪拌した後、反応溶液に水を加え、酢酸エチルで抽出し、有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。濾過し、溶媒を留去後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー（ヘキサン: 酢酸エチル = 20: 1）により精製し、油状の 10 目的物 182. 8mg (68%) を得た。

【0113】¹H-NMR (CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.3Hz), 3.52 (2H, d, J=2.2Hz), 4.27 (2H, s), 7.29-7.40 (5H, m) ppm

実施例 1 の方法に準じて製造した化合物を、以下に示す。

【0114】なお、以下、化合物名の後の括弧内の前の数字は前記表 1 における化合物番号を示し、その後ろに「mp」として融点 (°C) を示すか、「oil」として油状物であることを示す、又は「Amorphous」としてアモルファスであることを示す。

【0115】3-(2-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 2.40 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.6, Δν=74.7Hz), 3.54 (2H, d, J=3.1Hz), 4.29 (2H, s), 7.16-7.20 (3H, m), 7.30-7.34 (1H, m) ppm

3-(3-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (3, mp40-43)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 2.35 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.3Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.2Hz), 4.23 (2H, s), 7.08-7.31 (4H, m) ppm

3-(4-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (4, mp53-54)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.34 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.1Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.3Hz), 4.24 (2H, s), 7.11-7.29 (4H, m) ppm

3-(2,3-ジメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (5, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.29 (6H, br), 3.02 (2H, ABq, J=16.6, Δν=74.5Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.2, Δν=9.3Hz), 4.32 (2H, s), 7.06-7.21 (3H, m) ppm

3-(2,4-ジメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (6, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 2.31 (3H, s), 2.36 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.9, Δν=74.5Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.1, Δν=9.0Hz), 4.26 (2H, s), 6.95-7.23 (3H, m) ppm

3-(2,5-ジメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (7, oil)

36

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.30 (3H, s), 2.35 (3H, s), 3.02 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.5Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.3, Δν=9.1Hz), 4.26 (2H, s), 7.02-7.14 (3H, m) ppm

3-(2,6-ジメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (8, mp72-73)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 2.42 (6H, s), 3.05 (2H, ABq, J=16.8, Δν=73.4Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.2, Δν=11.2Hz), 4.36 (2H, s), 7.01-7.15 (3H, m) ppm

3-(3,4-ジメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (9, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.23 (6H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.9Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.4Hz), 4.21 (2H, s), 7.09 (2H, s), 7.13 (1H, s) ppm

3-(3,5-ジメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (10, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 2.30 (6H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.3Hz), 3.53 (2H, d, J=2.2Hz), 4.20 (2H, s), 6.92 (1H, br), 6.98 (2H, br) ppm

3-(2,4,6-トリメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (11, mp90-92)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.58 (3H, s), 2.26 (3H, s), 2.38 (6H, s), 3.04 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.1Hz), 3.57 (2H, ABq, J=11.1, Δν=10.9Hz), 4.33 (2H, s), 6.87 (2H, s) ppm

3-(2-エチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (12, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.26 (3H, t, J=7.5Hz), 1.56 (3H, s), 2.74 (2H, q, J=7.5Hz), 3.02 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.5Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.3, Δν=9.3Hz), 4.32 (2H, s), 7.15-7.36 (4H, m) ppm

3-(4-エチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (14, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.22 (3H, t, J=7.5Hz), 1.54 (3H, s), 2.64 (2H, q, J=7.5Hz), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.9Hz), 3.52 (2H, d, J=2.0Hz), 4.24 (2H, s), 7.16 (2H, d, J=8.0Hz), 7.28 (2H, d, J=8.0Hz) ppm

3-(2,6-ジエチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (15, mp40-42)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.27 (6H, t, J=7.5Hz), 1.59 (3H, s), 2.76 (4H, q, J=7.5Hz), 3.04 (2H, ABq, J=16.7, Δν=72.7Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.2, Δν=11.6Hz), 4.39 (2H, s), 7.06-7.26 (3H, m) ppm

3-(4-n-ブチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (19, mp34-36)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 0.93 (3H, t, J=7.3Hz), 1.55 (3H, s), 1.57-1.72 (2H, m), 2.57 (2H, t, J=7.2Hz), 3.00 (2H, ABq, J=16.6, Δν=74.9Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.1, Δν=7.0Hz), 4.24 (2H, s), 7.14 (2H, d, J=8.0Hz), 7.28 (2H, d, J=

8.0Hz) ppm

3-(4-tert-ブチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (31, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.30 (9H, s), 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.6, Δν=74.6Hz), 3.52 (2H, d, J=1.7Hz), 4.24 (2H, s), 7.31-7.40 (4H, m) ppm

3-(2-(5,6,7,8-テトラヒドロナフチル)チオ)-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (33, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 1.75-1.81 (4H, m), 2.71-2.77 (4H, m), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.9 Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.7Hz), 4.20 (2H, s), 6.99-7.11 (3H, m) ppm

3-(2-クロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (34, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.2Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.2Hz), 4.22 (2H, s), 7.26 (3H, m), 7.37 (1H, m) ppm

3-(3-クロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (35, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.9, Δν=76.9Hz), 3.53 (2H, ABq, J=14.6, Δν=8.0Hz), 4.22 (2H, s), 7.27 (3H, s), 7.37 (1H, s) ppm

3-(4-クロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (36, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=17.0, Δν=77.0Hz), 3.51 (2H, s), 4.21 (2H, s), 7.30 (4H, s) ppm

3-(2,3-ジクロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (37, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.9, Δν=76.6Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.6, Δν=6.3Hz), 4.38 (2H, s), 7.12-7.16 (1H, m), 7.38-7.46 (2H, m) ppm

3-(2,4-ジクロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (38, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.2Hz), 3.52 (2H, d, J=1.9Hz), 4.32 (2H, s), 7.21 (1H, dd, J=8.4, 1.9Hz), 7.41 (1H, d, J=1.9), 7.47 (1H, d, J=8.4Hz) ppm

3-(2,5-ジクロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (39, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.5, Δν=73.9Hz), 3.53 (2H, d, J=2.3Hz), 4.32 (2H, s), 7.21 (1H, dd, J=8.5, 2.3Hz), 7.32 (1H, d, J=8.5Hz), 7.52 (1H, d, J=2.3Hz) ppm

3-(2,6-ジクロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (40, mp80-81)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.58 (3H, s), 3.06 (2H, ABq, J=16.6, Δν=73.9Hz), 3.57 (2H, ABq, J=11.2, Δν=11.4Hz), 4.63 (2H, s), 7.14-7.35 (3H, m) ppm

3-(3,4-ジクロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (41, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.6, Δν=75.4Hz), 3.52 (2H, d, J=2.0Hz), 4.19 (2H, s), 7.23 (1H, dd, J=8.0, 1.7Hz), 7.39 (1H, d, J=8.0Hz), 7.48 (1H, d, J=1.7Hz) ppm

3-(3,5-ジクロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (42, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=17.2, Δν=74.9Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.3Hz), 4.18 (2H, s), 7.25 (1H, s), 7.27 (2H, s) ppm

3-(2,4,6-トリクロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (44, Amorphous)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.58 (3H, s), 3.05 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.5Hz), 3.57 (2H, ABq, J=11.3, Δν=10.8Hz), 4.59 (2H, s), 7.36 (2H, s) ppm

3-(3-クロロ-4-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (45, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.36 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.2Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.2Hz), 4.19 (2H, s), 7.11-7.36 (3H, m) ppm

3-(2,4-ジクロロ-3-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (48, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.53 (3H, s), 2.49 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.0Hz), 3.52 (2H, d, J=1.9Hz), 4.34 (2H, s), 7.21-7.34 (2H, m) ppm

3-(2,5-ジクロロ-4-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (49, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.33 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=73.8Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.8Hz), 4.30 (2H, s), 7.27 (1H, s), 7.49 (1H, s) ppm

3-(2-ブロモベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (50, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.9, Δν=75.2Hz), 3.53 (2H, d, J=2.1Hz), 4.38 (2H, s), 7.14-7.18 (1H, m), 7.24-7.31 (1H, m), 7.50-7.59 (2H, m) ppm

3-(3-ブロモベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (51, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.6, Δν=75.1Hz), 3.53 (2H, d, J=2.1Hz), 4.21 (2H, s), 7.15-7.34 (2H, m), 7.38-7.53 (2H, m) ppm

3-(4-ブロモベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (52, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.98 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.6Hz), 3.52 (2H, d, J=1.8Hz), 4.20 (2H, s), 7.23-7.28 (2H, m), 7.42-7.47 (2H, m) ppm

3-(2-フルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (53, oil)

39

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.5Hz), 3.53 (2H, d, J=2.1Hz), 4.29 (2H, s), 7.01-7.14 (2H, m), 7.23-7.31 (1H, m), 7.44 (1H, t, J=7.7Hz) ppm

3-(3-フルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (54, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.4Hz), 3.52 (2H, d, J=2.1Hz), 4.24 (2H, s), 6.97-7.32 (4H, m) ppm

3-(4-フルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (55, oil) 10

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.1Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.1, Δν=6.8Hz), 4.23 (2H, s), 6.96-7.05 (2H, m), 7.31-7.38 (2H, m) ppm

3-(2,3-ジフルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (56, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.7Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.4Hz), 4.31 (2H, d, J=1.4Hz), 7.02-7.22 (3H, m) ppm

3-(2,4-ジフルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (57, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.53 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.1Hz), 3.51 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.2Hz), 4.24 (2H, s), 6.75-6.88 (2H, m), 7.37-7.49 (1H, m) ppm

3-(2,5-ジフルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (58, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.18 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.6Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.5Hz), 4.25 (2H, s), 6.92-7.05 (2H, m), 7.14-7.23 (1H, m) ppm

3-(2,6-ジフルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (59, mp58-61)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 3.03 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.2Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.2, Δν=9.8Hz), 4.35 (2H, s), 6.87-6.96 (2H, m), 7.19-7.31 (1H, m) ppm

3-(3,4-ジフルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (60, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.6, Δν=75.3Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=6.9Hz), 4.19 (2H, s), 7.06-7.23 (3H, m) ppm

3-(3,5-ジフルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (61, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.19 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.4Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.3Hz), 4.21 (2H, s), 6.66-6.95 (3H, m) ppm

3-(2-フルオロ-3-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (64, oil)

40

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.28 (3H, d, J=2.1Hz), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.5Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.5Hz), 4.28 (2H, s), 6.98 (1H, t, J=7.5Hz), 7.08-7.12 (1H, m), 7.21-7.28 (1H, m) ppm

3-(3-フルオロ-4-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (65, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.25 (3H, d, J=1.9Hz), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.2Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.2Hz), 4.21 (2H, s), 7.01-7.17 (3H, m) ppm

3-(2,3,5,6-テトラフルオロ-4-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (66, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.24 (3H, dt, J=1.2, 8.2, 0Hz), 2.85 (1H, dd, J=16.8, 5.2Hz), 3.18 (1H, dd, J=16.8, 5.9Hz), 3.53 (2H, ABq, J=3.5, Δν=3.0Hz), 4.35 (2H, d, J=22.4Hz) ppm

3-(2-フルオロ-3-クロロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (67, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.1Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.1Hz), 4.29 (2H, s), 7.04 (1H, t, J=7.9Hz), 7.28-7.40 (2H, m) ppm

3-(2-クロロ-4-フルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (68, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=73.8Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.1Hz), 4.33 (2H, s), 6.95 (1H, td, J=8.4, 2.6Hz), 7.14 (1H, dd, J=8.4, 2.6Hz), 7.50 (1H, dd, J=8.4, 6.1Hz) ppm

3-(2-クロロ-6-フルオロベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (70, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.04 (2H, ABq, J=16.7, Δν=76.4Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.2, Δν=10.5Hz), 4.47 (2H, d, J=1.6Hz), 6.97-7.26 (3H, m) ppm

3-(2-トリフルオロメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (71, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.5Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.2, Δν=8.8Hz), 4.46 (2H, s), 7.35-7.43 (1H, m), 7.49-7.56 (1H, m), 7.64-7.71 (2H, m) ppm

3-(3-トリフルオロメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (72, oil) 40

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.4Hz), 3.51 (2H, d, J=2.0Hz), 4.30 (2H, s), 7.44-7.64 (4H, m) ppm

3-(4-トリフルオロメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (73, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.7Hz), 3.52 (2H, d, J=1.9Hz), 4.29 (2H, s), 7.53 (2H, d, J=8.4Hz), 7.57 (2H, d, J=8.4Hz) ppm

3-(2,4-ビストリフルオロメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリリン (74, oil) 50

サゾ'リン(74, Amorphous)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.56 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.4Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.8, Δν=8.9Hz), 4.49 (2H, s), 7.78 (1H, d, J=7.9Hz), 7.90 (2H, d, J=7.9Hz) ppm

3-(3,5-ビストリフルオロメチルベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(75, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.54 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=17.0, Δν=75.6Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=6.8Hz), 4.34 (2H, s), 7.79 (1H, br), 7.86 (2H, br) ppm

3-(2-フルオロ-4-トリフルオロメチルベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(76, mp46-48)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.54 (3H, s), 3.16 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.8Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=6.9Hz), 4.31 (2H, s), 7.33 (1H, d, J=9.3Hz), 7.38 (1H, d, J=9.3Hz), 7.62 (1H, t, J=7.3Hz) ppm

3-(2-メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(77, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.56 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.3Hz), 3.51 (2H, ABq, J=18.3, Δν=8.6Hz), 3.87 (3H, s), 4.29 (2H, s), 6.86-6.95 (2H, m), 7.23-7.39 (2H, m) ppm

3-(3-メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(78, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.55 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.3Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.7Hz), 3.81 (3H, s), 4.24 (2H, s), 6.80-6.97 (3H, m), 7.21-7.28 (1H, m) ppm

3-(4-メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(79, mp32-33)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.9Hz), 3.52 (2H, d, J=2.1Hz), 3.80 (3H, s), 4.22 (2H, s), 6.85 (2H, d, J=8.6Hz), 7.30 (2H, d, J=8.6Hz) ppm

3-(2,3-ジ'メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(80, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.53 (3H, s), 3.06 (2H, ABq, J=17.0, Δν=77.0Hz), 3.53 (2H, d, J=2.3Hz), 3.86 (3H, s), 3.89 (3H, s), 4.31 (2H, s), 6.83-6.91 (1H, m), 6.97-7.05 (2H, m) ppm

3-(2,4-ジ'メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(81, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.55 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.6, Δν=73.8Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.7Hz), 3.80 (3H, s), 3.84 (3H, s), 4.24 (2H, s), 6.41-6.45 (2H, m), 7.25-7.30 (1H, m) ppm

3-(2,5-ジ'メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(82, mp50-53)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.6, Δν=73.9Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.9Hz)

z), 3.77 (3H, s), 3.83 (3H, s), 4.26 (2H, s), 6.78-6.80 (2H, m), 6.97 (1H, d, J=1.6Hz) ppm

3-(2,6-ジ'メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(83, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.56 (3H, s), 3.06 (2H, ABq, J=16.6, Δν=75.5Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.2, Δν=10.9Hz), 3.85 (6H, s), 4.40 (2H, s), 6.55 (2H, d, J=8.4Hz), 7.22 (1H, t, J=8.4Hz) ppm

3-(3,4-ジ'メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(84, mp95-97)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=77.5Hz), 3.53 (2H, d, J=2.3Hz), 3.87 (3H, s), 3.89 (3H, s), 4.20 (2H, s), 6.79-6.94 (3H, m) ppm
3-(3,5-ジ'メトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(85, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.55 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.4Hz), 3.53 (2H, d, J=2.7Hz), 3.79 (6H, s), 4.21 (2H, s), 6.38 (1H, t, J=2.3Hz), 6.53 (2H, d, J=2.2Hz) ppm

3-(3,4,5-トリメトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(87, Amorphous)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.55 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.9Hz), 3.53 (2H, d, J=2.5Hz), 3.84 (3H, s), 3.86 (6H, s), 4.22 (2H, s), 6.61 (2H, s) ppm

3-(2-エトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(88, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.44 (3H, t, J=7.0Hz), 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=73.8Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.2Hz), 4.09 (2H, q, J=7.0Hz), 4.31 (2H, s), 6.84-6.93 (2H, m), 7.20-7.29 (1H, m), 7.35-7.40 (1H, m) ppm

3-(3-エトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(89, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.41 (3H, t, J=7.0Hz), 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.1Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.5Hz), 4.03 (2H, q, J=7.0Hz), 4.23 (2H, s), 6.78-6.95 (3H, m), 7.21 (1H, d, J=7.3Hz) ppm

3-(4-エトキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(90, mp64)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.41 (3H, t, J=7.0Hz), 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.1Hz), 3.52 (2H, d, J=2.2Hz), 4.02 (2H, q, J=7.0Hz), 4.22 (2H, s), 6.84 (2H, d, J=8.6Hz), 7.28 (2H, d, J=7.6Hz) ppm

3-(2-イソプロピ'ルオキシベンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾ'リン(92, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.36 (6H, d, J=6.1Hz), 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.9, Δν=73.4Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.7Hz), 4.28 (2H, s), 4.61 (1H, quintet, J=6.3Hz), 6.83-6.91 (2H, m), 7.18-7.26 (1H, m), 7.27-7.40 (1H, m) ppm

3-(3-イソブ'ロヒ'ルオキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(93, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.2Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.6Hz), 4.23 (2H, s), 4.55 (1H, quintet, J=6.1Hz), 6.77-7.18 (3H, m), 7.24 (1H, d, J=8.1Hz) ppm

3-(4-イソブ'ロヒ'ルオキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(94, mp34-36)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.33 (3H, d, J=6.2Hz), 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.6, Δν=74.8Hz), 3.52 (2H, d, J=2.2Hz), 4.22 (2H, s), 4.53 (1H, septet, J=6.2Hz), 6.83 (2H, d, J=8.7Hz), 7.27 (2H, d, J=8.7Hz) ppm

3-(2-メトキシ-3-メチルヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(95, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 2.22-2.27 (1H, m), 2.31 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.5Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.2, Δν=8.8Hz), 3.80 (3H, s), 4.32 (2H, s), 6.95-7.02 (1H, m), 7.13 (1H, d, J=6.0Hz) ppm

3-(3-メチル-4-メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(97, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.31 (3H, s), 3.02 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.4Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.1, Δν=9.0Hz), 3.81 (3H, s), 4.32 (2H, s), 6.95-7.27 (3H, m) ppm

3-(3-メトキシ-4-メチルヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(98, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.19 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.6Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.7Hz), 3.83 (3H, s), 4.24 (2H, s), 6.86 (2H, d, J=5.6Hz), 7.08 (1H, d, J=7.7Hz) ppm

3-(2-エトキシ-3-メチルヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(99, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.44 (3H, t, J=7.2Hz), 1.55 (3H, s), 2.30 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.9, Δν=73.9Hz), 3.54 (2H, d, J=3.0Hz), 3.93 (2H, q, J=7.2Hz), 4.32 (2H, s), 6.98-7.02 (1H, m), 7.12 (1H, d, J=6.1Hz), 7.23-7.26 (1H, m) ppm

3-(2-イソブ'ロヒ'ルオキシ-3-メチルヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(100, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.32 (6H, d, J=6.2Hz), 1.58 (3H, s), 2.29 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.6Hz), 3.53 (2H, ABq, J=5.9, Δν=6.2Hz), 4.24-4.38 (1H, m), 4.34 (2H, s) ppm

3-(3-クロロ-2-メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(101, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.9, Δν=74.4Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.1, Δν=8.6Hz), 3.94 (3H, s), 4.31 (2H, s), 6.98-7.05 (1H, m), 7.29-7.37 (2H, m) ppm

3-(4-クロロ-2-メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(102, mp63-64)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.98 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.5Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.0, Δν=7.1Hz), 3.86 (3H, s), 4.23 (2H, s), 6.85-6.92 (2H, m), 7.31 (1H, d, J=7.7Hz) ppm

3-(2-クロロ-5-メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(103, mp50-54)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=72.9Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=8.0Hz), 3.78 (3H, s), 4.33 (2H, s), 6.78 (1H, dd, J=8.8, 3.0Hz), 7.06 (1H, d, J=3.0Hz), 7.26 (1H, d, J=8.8Hz) ppm

3-(5-クロロ-2-メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(104, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.3Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.1, Δν=7.6Hz), 3.85 (3H, s), 4.23 (2H, s), 6.79 (1H, d, J=8.8Hz), 7.22 (1H, dd, J=8.8, 2.7Hz), 7.36 (1H, d, J=2.7Hz) ppm

3-(4-クロロ-3-メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(105, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.7Hz), 3.43 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.3Hz), 3.91 (3H, s), 4.22 (2H, s), 6.88-6.98 (2H, m), 7.30 (1H, d, J=8.1Hz) ppm

3-(3,5-ジ'クロロ-2-メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(106, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.5Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.3, Δν=8.7Hz), 3.91 (3H, s), 4.26 (2H, s), 7.31-7.35 (2H, m) ppm

3-(2,6-ジ'メトキシ-3-クロロヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(107, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.05 (2H, ABq, J=16.6, Δν=75.3Hz), 3.56 (2H, ABq, J=11.2, Δν=11.6Hz), 3.85 (3H, s), 3.92 (3H, s), 4.39 (2H, s), 6.63 (1H, d, J=8.9Hz), 7.28 (1H, d, J=8.9Hz) ppm

3-(2-クロロ-3,4-ジ'メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(108, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.6, Δν=72.7Hz), 3.53 (2H, d, J=2.6Hz), 3.87 (6H, s), 4.33 (2H, s), 6.79 (1H, d, J=8.5Hz), 7.23 (1H, d, J=8.5Hz) ppm

3-(3,5-ジ'クロロ-4-メトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(109, mp41-47)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.5Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.7Hz), 3.89 (3H, s), 4.15 (2H, s), 7.32 (2H, s) ppm

3-(3-クロロ-2-エトキシヘ'ンジ'ル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(110, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.46 (3H, t, J=7.0Hz), 3.00 (3H, s), (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.1Hz), 3.52 (2H, d, J=2.2Hz), 4.11 (2H, q, J=7.0Hz), 4.32 (2H, s), 7.00 (1H, t, J=7.

8Hz), 7.32 (2H, t, J=2.4Hz) ppm

3-(4-クロロ-2-エトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ
ン(111, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.44 (3H, t, J=7.0Hz), 1.53 (3
H, s), 2.98 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.9Hz), 3.51 (2H, d,
J=1.8Hz), 4.06 (2H, q, J=7.0Hz), 4.23 (2H, s), 6.83-6.8
9 (2H, m), 7.31 (1H, d, J=7.9Hz) ppm

3-(2-クロロ-5-エトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ
ン(112, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.40 (3H, t, J=7.0Hz), 1.54 (3
H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.0Hz), 3.53 (2H, AB
q, J=11.3, Δν=7.8Hz), 4.00 (2H, q, J=7.0Hz), 4.33 (2
H, s), 6.77 (1H, dd, J=8.8, 3.0Hz), 7.05 (1H, d, J=3.0Hz),
7.25 (1H, d, J=8.8Hz) ppm

3-(5-クロロ-2-エトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ
ン(113, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.43 (3H, t, J=7.0Hz), 1.54 (3
H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.8Hz), 3.53 (2H, AB
q, J=11.3, Δν=7.4Hz), 4.05 (2H, q, J=7.0Hz), 4.24 (2
H, s), 6.77 (1H, d, J=8.7Hz), 7.18 (1H, dd, J=8.7, 2.7Hz),
7.36 (1H, d, J=2.7Hz) ppm

3-(4-クロロ-3-エトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ
ン(114, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.47 (3H, t, J=7.0Hz), 1.54 (3
H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.7Hz), 3.52 (2H, AB
q, J=11.2, Δν=7.9Hz), 4.11 (2H, q, J=7.0Hz), 4.20 (2
H, s), 6.88 (1H, dd, J=8.1, 2.0Hz), 6.96 (1H, d, J=2.0Hz),
7.29 (1H, d, J=8.1Hz) ppm

3-(3,5-ジクロロ-2-エトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキ
サリリン(115, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.46 (3H, t, J=7.0Hz), 1.55 (3
H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.1Hz), 3.53 (2H, d,
J=2.2Hz), 4.12 (2H, q, J=7.0Hz), 4.32 (2H, s), 7.28 (1H,
d, J=1.8Hz) ppm

3-(4-クロロ-2-イソプロピルオキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イ
ソオキサリリン(116, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.36 (6H, d, J=6.0Hz), 1.53 (3
H, s), 2.97 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.4Hz), 3.52 (2H, d,
J=2.0Hz), 4.21 (2H, s), 4.57 (1H, quintet, J=6.0Hz), 6.
82-6.87 (2H, m), 7.30 (1H, d, J=8.7Hz) ppm

3-(2-クロロ-5-イソプロピルオキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イ
ソオキサリリン(117, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.32 (6H, d, J=6.1Hz), 1.54 (3
H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.3, Δν=73.6Hz), 3.52 (2H, d,
J=2.4Hz), 4.32 (2H, s), 4.51 (1H, quintet, J=6.0Hz), 6.
75 (1H, dd, J=8.6, 3.0Hz), 7.05 (1H, d, J=3.0Hz), 7.24 (1
H, d, J=8.6Hz) ppm

3-(5-クロロ-2-イソプロピルオキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イ
ソオキサリリン(118, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.35 (6H, d, J=6.1Hz), 1.55 (3

H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.6, Δν=73.6Hz), 3.53 (2H, AB
q, J=11.2, Δν=7.8Hz), 4.22 (2H, s), 4.55 (1H, quinte
t, J=5.9Hz), 6.78 (1H, d, J=8.8Hz), 7.18 (1H, dd, J=8.8,
2.7Hz), 7.35 (1H, d, J=2.7Hz) ppm

3-(4-クロロ-3-イソプロピルオキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イ
ソオキサリリン(119, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.38 (6H, d, J=6.0Hz), 1.53 (3
H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=76.0Hz), 3.52 (2H, AB
q, J=11.3, Δν=7.0Hz), 4.20 (2H, s), 4.56 (1H, quinte
t, J=6.0Hz), 6.87 (1H, dd, J=8.1, 2.0Hz), 6.99 (1H, d, J=
2.0Hz), 7.29 (1H, d, J=8.1Hz) ppm

3-(2-フルオロ-6-メトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ
リン(120, mp56-59)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 3.04 (2H, ABq, J=
16.8, Δν=75.2Hz), 3.40 (2H, ABq, J=11.2, Δν=10.4H
z), 3.88 (3H, s), 4.36 (2H, d, J=1.2Hz), 6.67-6.75 (2H,
m), 7.17-7.29 (1H, m) ppm

3-(2-エトキシ-3-メトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ
リン(121, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.39 (3H, t, J=7.1Hz), 1.54 (3
H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.6Hz), 3.53 (2H, AB
q, J=11.2, Δν=8.6Hz), 4.19 (2H, q, J=7.1Hz), 4.31 (2
H, s), 6.82-6.87 (1H, m), 7.00 (2H, d, J=4.6Hz) ppm

3-(2-エトキシ-6-メトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ
リン(122, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.42 (3H, t, J=7.0Hz), 1.56 (3
H, s), 3.06 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.4Hz), 3.55 (2H, AB
q, J=11.0, Δν=10.7Hz), 3.85 (3H, s), 4.07 (2H, q, J=7.
0Hz), 4.40 (2H, s), 6.53 (2H, d, J=8.2Hz), 7.20 (1H, t, J=
8.2Hz) ppm

3-(3-メトキシ-2-プロピルオキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イ
ソオキサリリン(123, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.04 (3H, t, J=7.45), 1.54 (3
H, s), 1.81 (2H, septet, J=7.1Hz), 3.00 (2H, ABq, J=16.7,
Δν=74.0Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=8.2Hz), 3.
84 (3H, s), 3.99 (2H, t, J=6.9Hz), 4.31 (2H, s), 6.99 (2H,
d, J=5.5Hz) ppm

3-(2-イソプロピルオキシ-3-メトキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イ
ソオキサリリン(124, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.29 (6H, d, J=6.2Hz), 1.55 (3
H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=72.1Hz), 3.53 (2H, AB
q, J=11.2, Δν=9.0Hz), 3.83 (3H, s), 4.34 (2H, s), 4.5
9 (1H, quintet, J=6.1Hz), 6.81-6.85 (1H, m), 6.94-7.03
(2H, m) ppm

3-(2,3-メチレンジオキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ
リン(125, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.02 (2H, ABq, J=
16.8, Δν=76.4Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.1, Δν=7.3H
z), 4.28 (2H, s), 5.99 (2H, s), 6.73-6.90 (3H, m) ppm

3-(3,4-メチレンジオキシベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサリ

リン (126, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.6, Δν=74.9Hz), 3.53 (2H, d, J=2.4Hz), 4.19 (2H, s), 5.95 (2H, s), 6.72-6.86 (3H, m) ppm

3-(2,3-エチレンジ オキシヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (127, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.9Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.2, Δν=8.0Hz), 4.24-4.34 (6H, m), 6.74-6.84 (2H, m), 6.94 (1H, dd, J=6.1, 3.2Hz) ppm

3-(2-メチル-3,4-エチレンジ オキシヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (131, mp83-85)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.22 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.9, Δν=74.2Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.1, Δν=9.2Hz), 4.20-4.31 (6H, m), 6.68 (1H, d, J=8.4Hz), 6.83 (1H, d, J=8.3Hz) ppm

3-(4-トリフルオロメトキシヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (142, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.3Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=6.9Hz), 4.24 (2H, s), 7.16 (2H, d, J=8.7Hz), 7.41 (2H, d, J=8.7Hz) ppm

3-(2-ジフルオロメトキシ-3-メチルヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (143, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.58 (3H, s), 2.33 (3H, s), 3.14 (2H, ABq, J=17.5, Δν=76.6Hz), 4.15 (2H, ABq, J=11.4, Δν=15.6Hz), 4.33 (2H, s), 6.43 (1H, t, J=74.0Hz), 7.13-7.17 (2H, m), 7.37 (1H, dd, J=6.3, 2.3Hz) ppm

3-(2-ジフルオロメトキシ-4-メチルヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (144, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 2.34 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.5Hz), 3.52 (2H, d, J=2.1Hz), 4.27 (2H, s), 6.53 (1H, t, J=74.0Hz), 6.94-7.01 (2H, m), 7.37 (1H, d, J=7.8Hz) ppm

3-(2-ジフルオロメトキシ-5-メチルヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (145, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.32 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.1Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.6Hz), 4.27 (2H, s), 6.51 (1H, t, J=73.9Hz), 7.04-7.12 (2H, m), 7.28 (1H, d, J=1.6Hz) ppm

3-(3-ジフルオロメトキシ-4-メチルヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (146, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.27 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.6, Δν=75.1Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.2Hz), 4.22 (2H, s), 6.50 (1H, t, J=74.1Hz), 7.10-7.20 (3H, m) ppm

3-(3-クロロ-2-ジフルオロメトキシヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (147, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=73.4Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.4Hz)

z), 4.36 (2H, s), 6.06 (1H, t, J=74.4Hz), 7.18 (1H, t, J=7.9Hz), 7.04 (1H, dd, J=7.9, 1.7Hz), 7.50 (1H, dd, J=1.8, 1.7Hz) ppm

3-(2-クロロ-5-ジフルオロメトキシヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (148, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=74.0Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.3, Δν=7.3Hz), 4.34 (2H, s), 6.49 (1H, t, J=73.4Hz), 7.02 (1H, dd, J=8.8, 2.9Hz), 7.33 (1H, d, J=2.9Hz), 7.37 (1H, d, J=8.8Hz) ppm

3-(5-クロロ-2-ジフルオロメトキシヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (149, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=73.6Hz), 3.52 (2H, d, J=2.3Hz), 4.25 (2H, s), 6.53 (1H, t, J=73.3Hz), 7.08 (1H, d, J=8.8Hz), 7.26 (1H, dd, J=8.8, 2.5Hz), 7.50 (1H, d, J=2.5Hz) ppm

3-(4-クロロ-3-ジフルオロメトキシヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (150, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.5Hz), 3.52 (2H, ABq, J=10.4, Δν=6.9Hz), 4.21 (2H, s), 6.54 (1H, t, J=73.4Hz), 7.08-7.41 (3H, m) ppm

3-(2-メトキシメチルヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (151, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=16.5, Δν=74.3Hz), 3.41 (3H, s), 3.54 (2H, ABq, J=11.2, Δν=8.5Hz), 4.37 (2H, s), 4.56 (2H, s), 7.26-7.45 (4H, m) ppm

3-(2-エトキシメチルヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (152, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.26 (3H, t, J=7.0Hz), 1.55 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.9, Δν=74.3Hz), 3.52-3.62 (4H, m), 4.38 (2H, s), 4.60 (2H, s), 7.25-7.45 (4H, m) ppm

3-(2-(2,2,2-トリフルオロエトキシメチル)ヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (153, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=17.8, Δν=82.4Hz), 3.53 (2H, d, J=2.4Hz), 3.86 (2H, q, J=8.8Hz), 4.35 (2H, s), 4.80 (2H, s), 7.3-7.5 (4H, m) ppm

3-(3-(2,2,2-トリフルオロエトキシメチル)ヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (154, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.4Hz), 3.52 (2H, d, J=2.0Hz), 3.84 (2H, q, J=8.6Hz), 4.27 (2H, s), 4.67 (2H, s), 7.29-7.36 (4H, m) ppm

3-(2-(2-メトキシエトキシ)ヘンジール) チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (155, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=73.6Hz), 3.52 (2H, ABq, J=9.5, Δν=6.5Hz), 3.78 (2H, t, J=4.8Hz), 4.18 (2H, t, J=4.8Hz), 4.31 (2H, s), 6.86-6.96 (2H, m), 7.21-7.40 (2H, m) ppm

10

20

30

40

50

3-(3-(2-メトキシエトキシ)ベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(156, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.7, Δν=75.1Hz), 3.52 (2H, ABq, J=12.0, Δν=7.5Hz), 3.45 (3H, s), 3.75 (2H, t, J=4.7Hz), 4.12 (2H, t, J=4.7Hz), 4.23 (2H, s), 6.82-6.98 (3H, m), 7.23 (1H, t, J=7.4Hz) ppm

3-(2-(2,2-ジメトキシエトキシ)ベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(157, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.53 (3H, s), 2.98 (2H, ABq, J=17.1, Δν=73.8Hz), 3.47 (6H, s), 3.52 (2H, s), 4.23 (2H, d, J=5.7Hz), 4.30 (2H, s), 4.75 (1H, t, J=5.9Hz), 6.89-6.93 (2H, m), 7.21-7.41 (2H, m) ppm

3-(3-(2,2-ジメトキシエトキシ)ベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(158, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=16.8, Δν=75.1Hz), 3.46 (6H, s), 3.52 (2H, d, J=2.4Hz), 4.00 (2H, d, J=5.2Hz), 4.23 (2H, s), 4.72 (1H, t, J=5.2Hz), 6.82-6.87 (1H, m), 6.96-7.20 (2H, m), 7.23-7.28 (1H, m) ppm

3-(2-(2,2-エチレンジ)オキシエトキシ)ベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(159, mp79-80.5)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.53 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.7, Δν=73.1Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.1, Δν=7.4Hz), 3.93-4.08 (4H, m), 4.09 (2H, d, J=3.6Hz), 4.31 (2H, s), 5.33 (1H, t, J=3.7Hz), 6.86-6.96 (2H, m), 7.20-7.29 (1H, m), 7.38 (1H, dd, J=7.5, 0.8Hz) ppm

3-(3-(2,2-エチレンジ)オキシエトキシ)ベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(160, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=16.8, Δν=74.9Hz), 3.52 (2H, ABq, J=11.2, Δν=7.7Hz), 3.92-4.10 (6H, m), 4.23 (2H, s), 5.29 (1H, t, J=4.0Hz), 6.82-6.99 (3H, m), 7.19-7.27 (1H, m) ppm

3-(α-メチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(161, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.49 (s), 1.51 (s) (3H), 1.75 (d, J=7.0Hz), 1.76 (d, J=7.0Hz) (3H), 2.92 (ABq, J=16.7, Δν=74.5Hz), 2.95 (ABq, J=16.7, Δν=74.1Hz) (2H), 3.46 (2H, s), 4.79 (q, J=7.0Hz), 4.79 (q, J=7.0Hz) (1H), 7.23-7.42 (5H, m) ppm

3-(α, α-ジメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(162, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.37 (3H, s), 1.91 (6H, s), 2.61 (2H, ABq, J=17.1, Δν=77.3Hz), 3.30 (2H, ABq, J=11.2, Δν=11.9Hz), 7.25-7.39 (3H, m), 7.56-7.60 (2H, m) ppm

3-(α-イソプロピルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(165, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 0.89 (d, J=6.7Hz)+0.89 (d, J=6.7Hz) (3H), 1.09 (d, J=6.7Hz)+1.10 (d, J=6.7Hz) (3H),

1.43 (3H, s), 2.16-2.24 (1H, m), 2.69 (1H, dd, J=17.1, 1.12, 1Hz), 3.07 (1H, dd, J=16.7, 14.4Hz), 3.36 (2H, ABq, J=13.4, Δν=7.0Hz), 4.44 (d, J=7.9Hz)+4.46 (d, J=7.7Hz) (1H), 7.22-7.32 (5H, m) ppm

3-(α, 2-ジメチルベンジル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(166, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (s)+1.56 (s) (3H), 1.76 (d, J=6.9Hz)+1.78 (d, J=6.9Hz) (3H), 2.42 (3H, s), 2.96 (ABq, J=16.6, Δν=73.0Hz)+2.96 (ABq, J=16.8, Δν=71.3Hz) (2H), 3.49 (2H, d, J=2.7Hz), 5.01 (1H, q, J=6.9Hz), 7.16-7.23 (3H, m), 7.40-7.44 (1H, m) ppm

3-(4-クロロフェニル)チオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(167, mp83-84)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 2.38-2.48 (2H, m), 2.84 (d, J=16.9Hz)+2.92 (d, J=16.8Hz) (1H), 3.14 (d, J=16.7Hz)+3.21 (d, J=16.7Hz) (1H), 3.50-3.64 (2H, m), 4.31-4.37 (2H, m), 5.00 (1H, t, J=6.4Hz), 6.79-6.93 (2H, m), 7.13-7.21 (1H, m), 7.28-7.33 (1H, m) ppm

3-(1-(1,2,3,4-テトラヒドロナフチル)チオ)-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(169, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 1.89-2.32 (4H, m), 2.74-3.65 (6H, m), 5.08 (1H, brs), 7.08-7.21 (3H, m), 7.38-7.42 (1H, m) ppm

3-ベンジルチオ-5-トリフルオロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン(179, mp56-59)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.60 (3H, d, J=1.9Hz), 2.97 (1H, dd, J=7.1, 0.8Hz), 3.34 (1H, d, J=17.2Hz), 4.28 (3H, s), 7.30-7.38 (5H, m) ppm

【0116】

【実施例2】

3-ベンジルスルフィニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (化合物番号1001) 及び 3-ベンジルスルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (化合物番号2001)

(C工程)

(1) 3-ベンジルスルフィニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (C-1工程)

実施例1の方法で製造した3-ベンジルチオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (化合物番号1) 926.7mgを1, 2-ジクロロエタン20mlに溶解し、攪拌しながらm-クロロ過安息香酸892.4mgを室温で加えた。更に室温で45分間攪拌した後、反応液に飽和亜硫酸ナトリウム水溶液を加え、塩化メチレンで抽出し、有機層を炭酸水素ナトリウム水溶液、食塩水で順に洗浄した。無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、濾過し、溶媒を留去後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (ヘキサン:酢酸エチル=4:1) により精製し、融点60-65℃を有する目的物710.9mg (72%)を得た。

【0117】¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (s)+1.56

(s) (3H), 2.85 (2H, ABq, J=17.9, $\Delta\nu=201.3$ Hz), 3.43-3.57 (2H, m), 4.16-4.36 (2H, m), 7.30-7.42 (5H, m) ppm

(2) 3-ベンジルスルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (C-1, C-2工程)

実施例1の方法で製造した3-ベンジルチオ-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (化合物番号1) 133.1mgを塩化メチレン5mlに溶解し、攪拌しながらm-クロロ過安息香酸385mgの塩化メチレン溶液5mlを室温で滴下した。更に室温で2時間攪拌した後、反応液に飽和亜硫酸ナトリウム水溶液を加え、塩化メチレンで抽出し、有機層を炭酸水素ナトリウム水溶液、食塩水で順に洗浄した。無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、濾過し、溶媒を留去後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (ヘキサン:酢酸エチル=10:1) により精製し、融点87-88℃を有する目的物86.2mg (58%)を得た。

【0118】¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.50 (3H, s), 2.98 (2H, ABq, J=17.9, $\Delta\nu=86.1$ Hz), 3.49 (2H, s), 4.60 (2H, s), 7.43 (5H, m) ppm

実施例2(1)の方法及び実施例2(2)の方法に準じて製造した化合物を、以下に示す。

【0119】3-(2-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2002, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.53 (3H, s), 2.46 (3H, s), 3.03 (2H, ABq, J=17.7, $\Delta\nu=88.4$ Hz), 3.52 (2H, s), 4.69 (2H, s), 7.23-7.40 (4H, m) ppm

3-(3-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2003, mp51-54)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.50 (3H, s), 2.37 (3H, s), 2.97 (2H, ABq, J=17.8, $\Delta\nu=84.9$ Hz), 3.48 (2H, s), 4.56 (2H, s), 7.20-7.30 (4H, m) ppm

3-(4-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2004, mp99-101)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.51 (3H, s), 2.37 (3H, s), 2.97 (2H, ABq, J=17.9, $\Delta\nu=78.5$ Hz), 3.49 (2H, s), 4.56 (2H, s), 7.22 (2H, d, J=8.1Hz), 7.31 (2H, d, J=8.1Hz) ppm

3-(2,3-ジメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2005, Amorphous)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.53 (3H, s), 2.33 (3H, s), 2.34 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=17.5, $\Delta\nu=88.3$ Hz), 3.52 (2H, br), 4.72 (2H, s), 7.09-7.24 (3H, m) ppm

3-(2,4-ジメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2006, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.53 (3H, s), 2.33 (3H, s), 2.41 (3H, s), 3.02 (2H, ABq, J=17.8, $\Delta\nu=80.6$ Hz), 3.51 (2H, s), 4.64 (2H, s), 7.03-7.13 (2H, m), 7.24-7.27 (1H, m) ppm

3-(2,5-ジメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2007, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.57 (3H, s), 2.33 (3H, s), 2.41 (3H, s), 3.03 (2H, ABq, J=17.9, $\Delta\nu=88.7$ Hz), 3.52 (2H, s), 4.64 (2H, s), 7.14-7.17 (3H, m) ppm

3-(2,6-ジメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2008, Amorphous)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.59 (3H, s), 2.48 (6H, s), 3.17 (2H, ABq, J=17.8, $\Delta\nu=85.7$ Hz), 3.58 (2H, d, J=1.8Hz), 4.85 (2H, s), 7.08-7.26 (3H, m) ppm

3-(3,4-ジメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2009, mp87-88)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.51 (3H, s), 2.28 (6H, s), 2.96 (2H, ABq, J=17.8, $\Delta\nu=75.5$ Hz), 3.47 (2H, s), 4.53 (2H, s), 7.16 (3H, s) ppm

3-(3,5-ジメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2010, mp73-75)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.51 (3H, s), 2.33 (6H, s), 2.97 (2H, ABq, J=17.9, $\Delta\nu=84.4$ Hz), 3.48 (2H, s), 4.52 (2H, s), 7.03 (3H, br) ppm

3-(2,4,6-トリメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2011, mp121-123)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.58 (3H, s), 2.29 (3H, s), 2.43 (6H, s), 3.14 (2H, ABq, J=17.7, $\Delta\nu=78.6$ Hz), 3.56 (2H, s), 4.80 (2H, s), 6.94 (2H, s) ppm

3-(2-エチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2012, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.24 (3H, t, J=7.5Hz), 1.53 (3H, s), 2.81 (2H, q, J=7.5Hz), 3.02 (2H, ABq, J=17.9, $\Delta\nu=88.7$ Hz), 3.52 (2H, s), 4.71 (2H, s), 7.20-7.41 (4H, m) ppm

3-(4-エチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2014, mp112-113)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.24 (3H, t, J=7.7Hz), 1.50 (3H, s), 2.67 (2H, q, J=7.7Hz), 2.96 (2H, ABq, J=18.0, $\Delta\nu=80.8$ Hz), 3.47 (2H, s), 4.57 (2H, s), 7.24 (2H, d, J=8.1Hz), 7.34 (2H, d, J=8.1Hz) ppm

3-(2,6-ジエチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2015, mp58-61)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.24 (6H, t, J=7.5Hz), 1.57 (3H, s), 2.85 (4H, q, J=7.5Hz), 3.13 (2H, ABq, J=17.7, $\Delta\nu=86.3$ Hz), 3.56 (2H, s), 4.89 (2H, s), 7.17 (2H, d, J=7.7Hz), 7.26-7.36 (1H, m) ppm

3-(4-nプロピルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2019, mp101-103)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 0.94 (3H, t, J=7.3Hz), 1.49 (3H, s), 1.64 (2H, sextet, J=7.3Hz), 2.61 (2H, t, J=7.3Hz), 2.95 (2H, ABq, J=17.9, $\Delta\nu=84.5$ Hz), 3.48 (2H, s), 4.56 (2H, s), 7.22 (2H, d, J=8.3Hz), 7.34 (2H, d, J=8.3Hz) ppm

3-(2-イソプロピルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2020, mp76-78)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ : 1.55 (3H, s), 3.08 (2H, ABq, J=

17. 9, $\Delta\nu=90.9\text{Hz}$), 3. 23-3. 36 (1H, m), 3. 54 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=5.8\text{Hz}$), 4. 75 (2H, s), 7. 18-1. 42 (4H, m) ppm
 3-(4-tert-ブチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2031, mp108-110)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 32 (9H, s), 1. 49 (3H, s), 2. 94 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=81.2\text{Hz}$), 3. 46 (2H, d, $J=1.3\text{Hz}$), 4. 57 (2H, s), 7. 35 (2H, d, $J=8.6\text{Hz}$), 7. 44 (2H, d, $J=8.6\text{Hz}$) ppm
 3-(2-(5, 6, 7, 8-テトラヒドロナフチル)スルホニル)-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2033, mp69-73)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 51 (3H, s), 1. 76-1. 82 (4H, m), 2. 74-2. 77 (4H, m), 2. 98 (2H, ABq, $J=18.0$, $\Delta\nu=73.0\text{Hz}$), 3. 47 (2H, s), 4. 52 (2H, s), 7. 09-7. 18 (3H, m) ppm
 3-(2-クロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2034, mp92-94)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 54 (3H, s), 3. 08 (2H, ABq, $J=17.9$, $\Delta\nu=83.2\text{Hz}$), 3. 54 (2H, ABq, $J=11.8$, $\Delta\nu=7.9\text{Hz}$), 4. 58 (2H, s), 7. 33-7. 42 (4H, m) ppm
 3-(3-クロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2035, mp95-97)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 54 (3H, s), 3. 08 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=83.6\text{Hz}$), 3. 54 (2H, d, $J=1.4\text{Hz}$), 4. 57 (2H, s), 7. 32-7. 43 (4H, m) ppm
 3-(4-クロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2036, mp89-90)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 54 (3H, s), 3. 10 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=82.4\text{Hz}$), 3. 54 (2H, d, $J=2.4\text{Hz}$), 4. 58 (2H, s), 7. 38 (4H, s) ppm
 3-(2, 3-ジクロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2037, mp71-73)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 57 (3H, s), 3. 17 (2H, ABq, $J=17.7$, $\Delta\nu=81.4\text{Hz}$), 3. 57 (2H, ABq, $J=11.8$, $\Delta\nu=10.1\text{Hz}$), 4. 90 (2H, s), 7. 27 (1H, t, $J=7.9\text{Hz}$), 7. 46-7. 57 (2H, m) ppm
 3-(2, 4-ジクロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2038, mp111-113)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 59 (3H, s), 3. 21 (2H, ABq, $J=17.7$, $\Delta\nu=80.7\text{Hz}$), 3. 69 (2H, ABq, $J=11.8$, $\Delta\nu=10.7\text{Hz}$), 4. 82 (2H, s), 7. 33 (1H, dd, $J=8.4$, 2.0Hz), 7. 49-7. 53 (2H, m) ppm
 3-(2, 5-ジクロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2039, mp135-136)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 59 (3H, s), 3. 20 (2H, ABq, $J=17.7$, $\Delta\nu=81.7\text{Hz}$), 3. 59 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=11.5\text{Hz}$), 4. 81 (2H, s), 7. 33 (1H, dd, $J=8.6$, 2.2Hz), 7. 42 (1H, d, $J=8.6\text{Hz}$), 7. 56 (1H, d, $J=2.2\text{Hz}$) ppm
 3-(2, 6-ジクロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2040, mp147-148)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 63 (3H, s), 3. 29 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=83.0\text{Hz}$), 3. 62 (2H, d, $J=4.7\text{Hz}$), 5. 15 (2H,

s), 7. 29-7. 45 (3H, m) ppm
 3-(3, 4-ジクロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2041, mp88-90)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 56 (3H, s), 3. 17 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=80.5\text{Hz}$), 3. 56 (2H, ABq, $J=11.8$, $\Delta\nu=10.7\text{Hz}$), 4. 56 (2H, s), 7. 29 (1H, dd, $J=8.3$, 2.0Hz), 7. 50 (1H, d, $J=8.4\text{Hz}$), 7. 54 (1H, d, $J=2.0\text{Hz}$) ppm
 3-(3, 5-ジクロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2042, mp96-98)
 10 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 57 (3H, s), 3. 16 (2H, ABq, $J=18.0$, $\Delta\nu=81.6\text{Hz}$), 3. 57 (2H, ABq, $J=11.9$, $\Delta\nu=11.5\text{Hz}$), 4. 55 (2H, s), 7. 34 (2H, d, $J=1.8\text{Hz}$), 7. 42 (1H, t, $J=1.8\text{Hz}$) ppm
 3-(2, 3, 5-トリクロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2043, mp124-127)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 60 (3H, s), 3. 21 (2H, ABq, $J=17.9$, $\Delta\nu=81.6\text{Hz}$), 3. 59 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=11.5\text{Hz}$), 4. 81 (2H, s), 7. 31-7. 56 (2H, m) ppm
 3-(2, 4, 6-トリクロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2044, mp137-139)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 64 (3H, s), 3. 32 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=83.4\text{Hz}$), 3. 63 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=12.2\text{Hz}$), 5. 11 (2H, s), 7. 45 (2H, s) ppm
 3-(3-クロロ-4-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2045, mp79-83)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 54 (3H, s), 2. 39 (3H, s), 3. 09 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=81.7\text{Hz}$), 3. 53 (2H, ABq, $J=9.6$, $\Delta\nu=6.0\text{Hz}$), 4. 54 (2H, s), 7. 17-7. 40 (3H, m) ppm
 3-(3-メチル-4-クロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2046, mp88-90)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 55 (3H, s), 2. 39 (3H, s), 3. 09 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=81.3\text{Hz}$), 3. 53 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=6.5\text{Hz}$), 4. 55 (2H, s), 7. 17-7. 40 (3H, m) ppm
 3-(3, 4-ジクロロ-2-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2047, mp86-90)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 58 (3H, s), 2. 54 (3H, s), 3. 20 (2H, ABq, $J=17.9$, $\Delta\nu=82.7\text{Hz}$), 3. 59 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=11.5\text{Hz}$), 4. 72 (2H, s), 7. 25 (1H, d, $J=8.0\text{Hz}$), 7. 37 (1H, d, $J=8.4\text{Hz}$) ppm
 40 3-(2, 4-ジクロロ-3-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2048, mp110-112)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 58 (3H, s), 2. 52 (3H, s), 3. 18 (2H, ABq, $J=17.9$, $\Delta\nu=77.8\text{Hz}$), 3. 57 (2H, ABq, $J=11.6$, $\Delta\nu=9.2\text{Hz}$), 4. 86 (2H, s), 7. 35 (2H, s) ppm
 3-(2, 5-ジクロロ-4-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2049, mp116-118)
 $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1. 59 (3H, s), 2. 37 (3H, s), 3. 19 (2H, ABq, $J=18.0$, $\Delta\nu=78.5\text{Hz}$), 3. 58 (2H, ABq, $J=11.8$, $\Delta\nu=9.7\text{Hz}$), 4. 77 (2H, s), 7. 35 (1H, s), 7. 53 (1H, s) ppm

3-(2-ブ'ロモベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2050, mp73-75)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.12 (2H, ABq, J=17.9, Δν=81.5Hz), 3.56 (2H, ABq, J=11.5, Δν=9.5Hz), 4.89 (2H, s), 7.28-7.38 (2H, m), 7.57-7.68 (2H, m) ppm

3-(3-ブ'ロモベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2051, mp90)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.09 (2H, ABq, J=17.6, Δν=83.5Hz), 3.54 (2H, d, J=2.4Hz), 4.57 (2H, s), 7.29-7.42 (2H, m), 7.56 (2H, d, J=7.8Hz) ppm

3-(4-ブ'ロモベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2052, mp114-115)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.10 (2H, ABq, J=17.6, Δν=81.8Hz), 3.54 (2H, d, J=2.4Hz), 4.57 (2H, s), 7.31 (2H, d, J=8.3Hz), 7.56 (2H, d, J=8.3Hz) ppm

3-(2-フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2053, mp82-84)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.95 (2H, ABq, J=17.7, Δν=81.9Hz), 3.56 (2H, ABq, J=11.6, Δν=8.2Hz), 4.68 (2H, s), 7.14-7.25 (2H, m), 7.37-7.51 (2H, m) ppm

3-(3-フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2054, mp95-97)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.53 (3H, s), 3.09 (2H, ABq, J=17.7, Δν=83.3Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.7, Δν=7.6Hz), 4.60 (2H, s), 7.12-7.23 (3H, m), 7.34-7.41 (1H, m) ppm

3-(4-フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2055, mp75-76)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.53 (3H, s), 3.10 (2H, ABq, J=17.8, Δν=83.4Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.7, Δν=7.5Hz), 4.58 (2H, s), 7.06-7.15 (2H, m), 7.38-7.45 (2H, m) ppm

3-(2,3-ジ'フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2056, mp83-85)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 3.22 (2H, ABq, J=17.9, Δν=81.2Hz), 3.59 (2H, ABq, J=11.8, Δν=10.6Hz), 4.70 (2H, s), 7.13-7.26 (3H, m) ppm

3-(2,4-ジ'フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2057, mp81)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.58 (3H, s), 3.21 (2H, ABq, J=17.7, Δν=80.6Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.7, Δν=10.6Hz), 4.64 (2H, s), 6.86-7.01 (2H, m), 7.43-7.55 (1H, m) ppm

3-(2,5-ジ'フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2058, mp127-129)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 3.22 (2H, ABq, J=17.7, Δν=80.8Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.7, Δν=10.5Hz), 4.65 (2H, s), 7.08-7.25 (3H, m) ppm

3-(2,6-ジ'フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2059, mp92-93)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.62 (3H, s), 3.27 (2H, ABq, J=17.7, Δν=82.3Hz), 3.61 (2H, ABq, J=11.6, Δν=10.6Hz), 4.37 (2H, s), 6.97-7.05 (2H, m), 7.37-7.46 (1H, m) ppm

3-(3,4-ジ'フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2060, mp104)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.17 (2H, ABq, J=17.8, Δν=80.8Hz), 3.56 (2H, ABq, J=11.7, Δν=10.9Hz), 4.57 (2H, s), 7.12-7.34 (3H, m) ppm

3-(3,5-ジ'フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2061, mp108-110)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.17 (2H, ABq, J=17.8, Δν=81.3Hz), 3.57 (2H, ABq, J=11.9, Δν=11.1Hz), 4.59 (2H, s), 6.88-7.02 (3H, m) ppm

3-(2-フルオロ-3-メチルベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2064, mp96-97)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.31 (3H, d, J=2.0Hz), 3.14 (2H, ABq, J=17.8, Δν=84.1Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.7, Δν=6.2Hz), 4.66 (2H, s), 7.09 (1H, t, J=7.7Hz), 7.28 (2H, q, J=7.3Hz) ppm

3-(3-フルオロ-4-メチルベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2065, mp88-89)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 2.29 (3H, d, J=1.9Hz), 3.07 (2H, ABq, J=17.9, Δν=78.2Hz), 3.52 (2H, s), 4.56 (2H, s), 7.08-7.27 (3H, br) ppm

3-(2,3,5,6-テトラフルオロ-4-メチルベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2066, mp115-117)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.62 (3H, d, J=7.1Hz), 2.29 (3H, dt, J=13.1, 2.2Hz), 3.09 (1H, dd, J=17.8, 11.7Hz), 3.41-3.69 (3H, m), 4.70 (2H, d, J=20.5Hz) ppm

3-(2-フルオロ-3-クロロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2067, mp90-92)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 3.38 (2H, ABq, J=17.8, Δν=81.1Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.7, Δν=10.4Hz), 4.69 (2H, s), 7.12-7.20 (1H, m), 7.37-7.52 (2H, m) ppm

3-(2-クロロ-4-フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2068, mp80-82)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 3.20 (2H, ABq, J=17.9, Δν=81.4Hz), 3.59 (2H, ABq, J=11.7, Δν=11.0Hz), 4.81 (2H, s), 7.07 (1H, td, J=8.6, 2.7Hz), 7.12-7.25 (1H, m), 7.56 (1H, dd, J=8.6, 5.9Hz) ppm

3-(2-クロロ-6-フルオロベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2070, mp118)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.63 (3H, s), 3.27 (2H, ABq, J=17.8, Δν=82.8Hz), 3.62 (2H, ABq, J=11.7, Δν=11.1Hz), 4.91 (2H, d, J=1.6Hz), 7.12-7.39 (3H, m) ppm

3-(2-トリフルオロメチルベ'ンジ'ル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾ'リン(2071, mp78)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 3.21 (2H, ABq, J=17.8, Δν=80.3Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.7, Δν=9.8Hz), 4.87 (2H, s), 7.55-7.64 (2H, m), 7.77 (2H, d, J=7.4Hz) ppm

3-(3-トリフルオロメチルヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2072, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.14 (2H, ABq, J=17.8, Δν=84.6Hz), 3.54 (2H, d, J=2.6Hz), 4.67 (2H, s), 7.59-7.70 (4H, m) ppm

3-(4-トリフルオロメチルヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2073, mp107-109)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.14 (2H, ABq, J=18.0, Δν=81.2Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.8, Δν=9.4Hz), 4.68 (2H, s), 7.58 (2H, d, J=8.3Hz), 7.69 (2H, d, J=8.3Hz) ppm

3-(2,4-ビストリフルオロメチルヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2074, mp84-85)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.62 (3H, s), 3.30 (2H, ABq, J=17.6, Δν=78.9Hz), 3.62 (2H, ABq, J=11.8, Δν=13.4Hz), 4.93 (2H, s), 7.91 (2H, br. d, J=2.6Hz), 8.02 (1H, br) 20 ppm

3-(3,5-ビストリフルオロメチルヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2075, mp105-106)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.58 (3H, s), 3.23 (2H, ABq, J=17.7, Δν=82.3Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.9, Δν=12.7Hz), 4.75 (2H, s), 7.92 (3H, br) ppm

3-(2-フルオロ-4-トリフルオロメチルヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2076, mp93-94)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 3.25 (2H, ABq, J=17.6, Δν=79.7Hz), 3.59 (2H, ABq, J=11.8, Δν=11.9Hz) 30 z), 4.74 (2H, s), 7.41-7.51 (2H, m), 7.67 (1H, t, J=7.0Hz) ppm

3-(2-メトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2077, mp85-87)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.05 (2H, ABq, J=17.8, Δν=85.5Hz), 3.49 (2H, s), 3.87 (3H, s), 4.71 (2H, s), 6.93-7.00 (2H, m), 7.39-7.45 (2H, m) ppm

3-(3-メトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2078, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.50 (3H, s), 2.96 (2H, ABq, J=40 17.9, Δν=82.1Hz), 3.49 (2H, s), 3.82 (3H, s), 4.56 (2H, s), 6.92-7.01 (3H, m), 7.27-7.34 (1H, m) ppm

3-(4-メトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2079, mp84-85)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.51 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=17.6, Δν=81.2Hz), 3.50 (2H, s), 3.82 (3H, s), 4.54 (2H, s), 6.93 (2H, d, J=8.7Hz), 7.34 (2H, d, J=8.7Hz) ppm

3-(2,3-ジメトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2080, mp94-95)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.11 (2H, ABq, J=50

17.8, Δν=71.4Hz), 3.56 (2H, ABq, J=11.4, Δν=13.8Hz), 3.86 (3H, s), 3.93 (3H, s), 4.69 (2H, s), 6.95-7.13 (3H, m) ppm

3-(2,4-ジメトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2081, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.54 (3H, s), 3.06 (2H, ABq, J=17.8, Δν=82.3Hz), 3.50 (2H, s), 3.83 (3H, s), 3.85 (3H, s), 6.49-6.56 (2H, m), 4.63 (2H, s), 7.34 (1H, d, J=8.3Hz) ppm

3-(2,5-ジメトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2082, mp92-94)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.53 (3H, s), 3.06 (2H, ABq, J=17.9, Δν=83.1Hz), 3.50 (2H, s), 3.78 (3H, s), 3.83 (3H, s), 4.67 (2H, s), 6.89-7.00 (3H, m) ppm

3-(2,6-ジメトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2083, mp128-130)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.13 (2H, ABq, J=17.7, Δν=87.9Hz), 3.53 (2H, s), 3.87 (6H, s), 4.80 (2H, s), 6.60 (2H, d, J=8.4Hz), 7.33 (1H, t, J=7.3Hz) ppm

3-(3,4-ジメトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2084, mp117-118)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.51 (3H, s), 3.01 (2H, ABq, J=17.8, Δν=83.0Hz), 3.51 (2H, s), 3.90 (6H, s), 4.55 (2H, s), 6.86-6.99 (3H, m) ppm

3-(3,5-ジメトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2085, mp128-128.5)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.51 (3H, s), 2.97 (2H, ABq, J=17.9, Δν=79.1Hz), 3.50 (2H, s), 3.80 (6H, s), 4.52 (2H, s), 6.49 (1H, t, J=2.2Hz), 6.55 (2H, d, J=2.2Hz) ppm

3-(3,4,5-トリメトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2087, mp105-106)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.52 (3H, s), 3.04 (2H, ABq, J=17.9, Δν=88.3Hz), 3.52 (2H, d, J=1.8Hz), 3.86 (3H, s), 3.87 (6H, s), 4.54 (2H, s), 6.63 (2H, s) ppm

3-(2-エトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2088, mp97-99)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.45 (3H, t, J=7.0Hz), 1.51 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=17.8, Δν=87.0Hz), 3.48 (2H, s), 4.09 (2H, q, J=7.0Hz), 4.73 (2H, s), 6.91-7.03 (2H, m), 7.33-7.46 (2H, m) ppm

3-(3-エトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2089, mp86-88)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.42 (3H, t, J=7.0Hz), 1.55 (3H, s), 2.96 (2H, ABq, J=17.9, Δν=81.9Hz), 3.49 (2H, s), 4.04 (2H, q, J=7.0Hz), 4.55 (2H, s), 6.92-6.99 (3H, m), 7.27-7.31 (1H, m) ppm

3-(4-エトキシヘキシル) スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2090, mp104-105)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.42 (3H, t, J=7.0Hz), 1.51 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, J=18.0, Δν=82.3Hz), 3.50 (2H,

s), 4.04 (2H, d, J=7.0Hz), 4.53 (2H, s), 6.91 (2H, d, J=8.6Hz), 7.32 (2H, d, J=8.4Hz) ppm
 3-(2,6-ジエトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2091, mp81-82)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.43 (6H, t, J=7.0Hz), 1.55 (3H, s), 3.02 (2H, ABq, J=17.8, Δν=89.8Hz), 3.50 (2H, s), 4.08 (4H, q, J=7.0Hz), 4.85 (2H, s), 6.55 (2H, d, J=8.3Hz), 7.27 (1H, t, J=8.3Hz) ppm
 3-(2-イソプロピルオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2092, mp89-92)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.37 (6H, d, J=6.0Hz), 1.51 (3H, s), 2.98 (2H, ABq, J=17.7, Δν=83.7Hz), 3.48 (2H, s), 4.61 (1H, quintet, J=6.1Hz), 4.71 (2H, s), 6.91-6.99 (2H, m), 7.30-7.46 (2H, m) ppm
 3-(3-イソプロピルオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2093, mp66-68)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.50 (3H, s), 2.68 (6H, d, J=6.1Hz), 2.96 (2H, ABq, J=17.8, Δν=83.4Hz), 3.48 (2H, s), 4.53-4.59 (3H, m), 6.90-6.98 (3H, m), 7.30-7.34 (1H, m) ppm
 3-(4-イソプロピルオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2094, mp76-78)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.35 (3H, d, J=6.2Hz), 1.51 (3H, s), 3.00 (2H, ABq, J=17.8, Δν=82.5Hz), 3.50 (2H, s), 4.53 (2H, s), 4.53 (1H, septet, J=6.2Hz), 6.90 (2H, d, J=8.6Hz), 7.31 (2H, d, J=8.6Hz) ppm
 3-(2-メトキシ-3-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2095, mp110-113)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.34 (3H, s), 3.08 (3H, s), 3.11 (2H, ABq, J=17.5, Δν=77.9Hz), 3.55 (2H, ABq, J=12.1, Δν=11.1Hz), 4.67 (2H, s), 7.04-7.12 (1H, m), 7.23-7.35 (2H, m) ppm
 3-(3-メチル-4-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2097, mp110-111)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 2.34 (3H, s), 3.10 (2H, ABq, J=17.6, Δν=77.5Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.4, Δν=10.8Hz), 3.80 (3H, s), 4.67 (2H, s), 7.04-7.12 (1H, m), 7.23-7.34 (2H, m) ppm
 3-(3-メトキシ-4-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2098, mp86-88)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.50 (3H, s), 2.22 (3H, s), 2.96 (2H, ABq, J=17.8, Δν=83.2Hz), 3.48 (2H, s), 3.85 (3H, s), 4.56 (2H, s), 6.87-6.92 (2H, m), 7.15 (1H, d, J=7.4Hz) ppm
 3-(2-エトキシ-3-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2099, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.41 (3H, t, J=7.1Hz), 1.56 (3H, s), 2.31 (3H, s), 3.08 (2H, ABq, J=17.8, Δν=75.0Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.5, Δν=12.0Hz), 3.93 (2H, q, J=7.1Hz), 4.65 (2H, s), 7.07 (1H, t, J=7.5Hz), 7.25 (1H,

m), 7.34 (1H, d, J=7.5Hz) ppm
 3-(2-イソプロピルオキシ-3-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2100, mp105-106)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.30 (6H, d, J=6.2Hz), 1.56 (3H, s), 2.30 (3H, s), 2.96 (2H, ABq, J=17.7, Δν=70.0Hz), 3.51 (2H, ABq, J=11.4, Δν=6.7Hz), 4.22 (1H, quintet, J=6.1Hz), 4.64 (2H, s), 7.07 (1H, t, J=7.8Hz), 7.24 (1H, d, J=7.6Hz), 7.36 (1H, d, J=7.8Hz) ppm
 3-(3-クロロ-2-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2101, mp83-85)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.59 (3H, s), 3.18 (2H, ABq, J=17.7, Δν=81.7Hz), 3.59 (2H, ABq, J=11.6, Δν=14.3Hz), 3.97 (3H, s), 4.70 (2H, s), 7.07-7.15 (1H, m), 7.39-7.46 (2H, m) ppm
 3-(4-クロロ-2-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2102, mp110-112)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.14 (2H, ABq, J=17.8, Δν=83.2Hz), 3.54 (2H, s), 3.88 (3H, s), 4.68 (2H, s), 6.94-7.02 (2H, m), 7.36 (1H, d, J=8.1Hz) ppm
 3-(2-クロロ-5-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2103, mp101-103)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.12 (2H, ABq, J=17.9, Δν=80.8Hz), 3.56 (2H, ABq, J=11.6, Δν=8.8Hz), 3.82 (3H, s), 4.79 (2H, s), 6.91 (1H, dd, J=8.9, 3.0Hz), 7.10 (1H, d, J=3.1Hz), 7.35 (1H, d, J=8.9Hz) ppm
 3-(5-クロロ-2-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2104, mp109-111)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 3.14 (2H, ABq, J=17.9, Δν=83.4Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.7, Δν=5.7Hz), 3.87 (3H, s), 4.68 (2H, s), 6.89 (1H, d, J=8.8Hz), 7.34 (1H, dd, J=8.8, 2.5Hz), 7.41 (1H, d, J=2.5Hz) ppm
 3-(4-クロロ-3-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2105, mp91-93)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.10 (2H, ABq, J=17.7, Δν=85.0Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.7, Δν=14.6Hz), 3.93 (3H, s), 4.58 (2H, s), 6.93-7.00 (2H, m), 7.40 (1H, d, J=8.0Hz) ppm
 3-(3,5-ジクロロ-2-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2106, mp85-87)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.61 (3H, s), 3.24 (2H, ABq, J=17.9, Δν=81.9Hz), 3.61 (2H, ABq, J=11.6, Δν=15.2Hz), 3.96 (3H, s), 4.68 (2H, s), 7.39 (1H, d, J=2.6Hz), 7.44 (1H, d, J=2.6Hz) ppm
 3-(2,6-ジメトキシ-3-クロロベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2107, mp85-88)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.61 (3H, s), 3.20 (2H, ABq, J=17.6, Δν=84.4Hz), 3.61 (2H, ABq, J=11.4, Δν=15.5Hz), 3.87 (3H, s), 3.96 (3H, s), 4.78 (2H, s), 6.70 (1H, d, J=8.9Hz), 7.37 (1H, d, J=8.9Hz) ppm
 3-(2-クロロ-3,4-ジメトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イ

ソオキサゾリン (2108, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.58 (3H, s), 3.17 (2H, ABq, J=17.8, Δν=81.0Hz), 3.57 (2H, ABq, J=11.6, Δν=8.1Hz), 3.88 (3H, s), 3.90 (3H, s), 4.78 (2H, s), 6.89 (1H, d, J=8.9Hz), 7.29 (1H, d, J=8.9Hz) ppm

3-(3,5-ジクロロ-4-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2109, mp126-127)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.58 (3H, s), 3.38 (2H, ABq, J=17.8, Δν=77.9Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.8, Δν=11.5Hz), 3.92 (3H, s), 4.51 (2H, s), 7.83 (2H, s) ppm

3-(3-クロロ-2-エトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2110, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.46 (3H, t, J=7.0Hz), 1.59 (3H, s), 3.15 (2H, ABq, J=17.8, Δν=79.8Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.6, Δν=14.5Hz), 4.12 (2H, q, J=7.2Hz), 4.68 (2H, s), 7.17 (1H, t, J=8.0Hz), 7.41 (1H, q, J=1.6Hz), 7.45 (1H, q, J=1.8Hz) ppm

3-(4-クロロ-2-エトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2111, mp118)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.45 (3H, t, J=6.9Hz), 1.54 (3H, s), 3.09 (2H, ABq, J=17.6, Δν=84.2Hz), 3.53 (2H, s), 4.08 (2H, q, J=6.9Hz), 4.69 (2H, s), 6.92-7.00 (2H, m), 7.36 (1H, d, J=8.1Hz) ppm

3-(2-クロロ-5-エトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2112, mp113-114)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.42 (3H, t, J=7.0Hz), 1.54 (3H, s), 3.10 (2H, ABq, J=17.8, Δν=80.6Hz), 3.55 (2H, d, J=3.3Hz), 4.03 (2H, q, J=7.0Hz), 4.77 (2H, s), 6.89 (1H, dd, J=8.8, 3.1Hz), 7.08 (1H, d, J=3.1Hz), 7.34 (1H, d, J=8.8Hz) ppm

3-(5-クロロ-2-エトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2113, mp75-77)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.44 (3H, t, J=7.0Hz), 1.55 (3H, s), 3.09 (2H, ABq, J=17.8, Δν=84.2Hz), 3.55 (2H, s), 4.07 (2H, q, J=7.0Hz), 4.69 (2H, s), 6.86 (1H, d, J=8.8Hz), 7.31 (1H, dd, J=8.8, 2.6Hz), 7.40 (1H, d, J=2.6Hz) ppm

3-(4-クロロ-3-エトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2114, mp85-88)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.48 (3H, t, J=7.0Hz), 1.53 (3H, s), 3.08 (2H, ABq, J=17.8, Δν=85.3Hz), 3.53 (2H, ABq, J=11.7, Δν=8.2Hz), 4.13 (2H, q, J=7.0Hz), 4.56 (2H, s), 6.92 (1H, dd, J=8.0, 2.0Hz), 6.98 (1H, d, J=2.0Hz), 7.38 (1H, d, J=8.0Hz) ppm

3-(3,5-ジクロロ-2-エトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2115, mp78-80)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.45 (3H, t, J=6.8Hz), 1.61 (3H, s), 3.21 (2H, ABq, J=17.8, Δν=80.5Hz), 3.60 (2H, ABq, J=11.4, Δν=15.2Hz), 4.15 (2H, q, J=6.8Hz), 4.66 (2H, s), 7.40 (1H, d, J=2.4Hz), 7.44 (1H, d, J=2.6Hz) ppm

3-(4-クロロ-2-イソプロピルオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2116, mp92-95)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.38 (6H, d, J=6.0Hz), 1.54 (3H, s), 3.09 (2H, ABq, J=17.7, Δν=82.3Hz), 3.53 (2H, d, J=1.4Hz), 4.58 (1H, m), 4.68 (2H, s), 6.92 (1H, m), 6.97 (1H, d, J=1.9Hz), 7.35 (1H, d, J=7.9Hz) ppm

3-(2-クロロ-5-イソプロピルオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2117, mp53-57)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.33 (6H, d, J=6.0Hz), 1.56 (3H, s), 3.10 (2H, ABq, J=17.8, Δν=80.5Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.6, Δν=7.9Hz), 4.53 (1H, quintet, J=6.1Hz), 4.77 (2H, s), 6.87 (1H, dd, J=8.9, 3.0Hz), 7.07 (1H, d, J=3.0Hz), 7.33 (1H, d, J=8.9Hz) ppm

3-(5-クロロ-2-イソプロピルオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2118, mp64-66)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.36 (6H, d, J=6.1Hz), 1.55 (3H, s), 3.10 (2H, ABq, J=17.8, Δν=82.4Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.6, Δν=7.0Hz), 4.57 (1H, quintet, J=6.0Hz), 4.68 (2H, s), 6.86 (1H, d, J=8.8Hz), 7.30 (1H, dd, J=8.8, 2.6Hz), 7.40 (1H, d, J=2.6Hz) ppm

3-(4-クロロ-3-イソプロピルオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2119, mp94-95)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 3.09 (2H, ABq, J=17.8, Δν=85.8Hz), 3.54 (2H, ABq, J=11.7, Δν=7.5Hz), 4.56 (2H, s), 4.59 (1H, quintet, J=6.3Hz), 6.91 (1H, dd, J=8.1, 1.9Hz), 7.01 (1H, d, J=1.9Hz), 7.38 (1H, d, J=8.1Hz) ppm

3-(2-フルオロ-6-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2120, mp105-107)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.60 (3H, s), 3.20 (2H, ABq, J=17.8, Δν=84.3Hz), 3.58 (2H, ABq, J=11.5, Δν=7.2Hz), 3.91 (3H, s), 4.76 (2H, d, J=1.2Hz), 6.74-6.82 (2H, m), 7.30-7.41 (1H, m) ppm

3-(2-エトキシ-3-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2121, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.38 (3H, t, J=7.0Hz), 1.56 (3H, s), 3.07 (2H, ABq, J=17.8, Δν=67.1Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.4, Δν=15.5Hz), 3.85 (2H, s), 4.15 (2H, q, J=7.0Hz), 4.68 (2H, d, J=1.5Hz), 6.93-6.98 (1H, m), 7.05-7.09 (2H, m) ppm

3-(2-エトキシ-6-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2122, mp105-108)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.43 (3H, t, J=7.0Hz), 1.50 (3H, s), 3.08 (2H, ABq, J=17.7, Δν=88.6Hz), 3.52 (2H, s), 3.86 (3H, s), 4.09 (2H, q, J=7.0Hz), 4.82 (2H, s), 6.57 (2H, d, J=8.4Hz), 7.30 (1H, t, J=8.4Hz) ppm

3-(3-メトキシ-2-プロピルオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソキサゾリン (2123, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.02 (3H, t, J=7.4Hz), 1.54 (3H, s), 1.79 (2H, septet, J=7.2Hz), 3.03 (2H, ABq, J=17.6,

$\Delta\nu=63.6\text{Hz}$), 3.54 (2H, ABq, $J=11.5$, $\Delta\nu=14.6\text{Hz}$), 3.85 (3H, s), 4.02 (2H, t, $J=6.7\text{Hz}$), 4.67 (2H, q, $J=13.8\text{Hz}$), 6.92-6.99 (1H, m), 7.03-7.08 (2H, m) ppm

3-(2-イソブチルオキシ-3-メトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2124, mp95-98)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.27 (6H, dd, $J=6.1, 2.7\text{Hz}$), 1.53 (3H, s), 3.07 (2H, ABq, $J=17.7$, $\Delta\nu=50.6\text{Hz}$), 3.53 (2H, ABq, $J=11.3$, $\Delta\nu=15.6\text{Hz}$), 3.84 (3H, s), 4.64 (1H, septet, $J=6.3\text{Hz}$), 4.64 (2H, ABq, $J=13.8$, $\Delta\nu=16.4\text{Hz}$), 6.92-6.97 (1H, m), 7.07-7.10 (2H, m) ppm

3-(2,3-メチレンジオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2125, mp121-122) $^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.56 (3H, s), 3.13 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=85.2\text{Hz}$), 3.54 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=6.2\text{Hz}$), 4.60 (2H, s), 6.02 (2H, s), 6.85-6.95 (3H, m) ppm

3-(3,4-メチレンジオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2126, mp81-83)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.54 (3H, s), 3.07 (2H, ABq, $J=17.4$, $\Delta\nu=76.7\text{Hz}$), 3.52 (2H, s), 4.51 (2H, s), 6.00 (2H, s), 6.80-6.90 (3H, m) ppm

3-(2,3-エチレンジオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2127, oil)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.54 (3H, s), 3.08 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=88.8\text{Hz}$), 3.52 (2H, s), 4.25-4.34 (4H, m), 4.67 (2H, s), 6.82-7.01 (3H, m) ppm

3-(3,4-エチレンジオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2128, mp74-76)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.52 (3H, s), 2.99 (2H, ABq, $J=18.0$, $\Delta\nu=71.3\text{Hz}$), 3.50 (2H, s), 4.25 (4H, s), 4.46 (2H, s), 6.88 (2H, s), 6.91 (1H, s) ppm

3-(2-メチル-3,4-エチレンジオキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2131, mp110-112)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.54 (3H, s), 2.26 (3H, s), 3.03 (2H, ABq, $J=18.0$, $\Delta\nu=75.9\text{Hz}$), 3.52 (2H, s), 4.24-4.28 (4H, m), 4.61 (2H, s), 6.76 (1H, d, $J=8.4\text{Hz}$), 6.87 (1H, d, $J=8.5\text{Hz}$) ppm

3-(4-トリフルオロメトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2142, mp106-107)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.53 (3H, s), 3.12 (2H, ABq, $J=17.6$, $\Delta\nu=85.0\text{Hz}$), 3.54 (2H, ABq, $J=11.8$, $\Delta\nu=8.8\text{Hz}$), 4.62 (2H, s), 7.27 (2H, d, $J=8.4\text{Hz}$), 7.49 (2H, d, $J=8.4\text{Hz}$) ppm

3-(2-ジフルオロメトキシ-3-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2143, oil)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.56 (3H, s), 2.35 (3H, s), 3.20 (2H, ABq, $J=17.7$, $\Delta\nu=77.8\text{Hz}$), 3.58 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=8.9\text{Hz}$), 4.73 (1H, s), 6.47 (1H, t, $J=73.3\text{Hz}$), 7.26-7.34 (2H, m), 7.43 (1H, dd, $J=7.0, 1.8\text{Hz}$) ppm

3-(2-ジフルオロメトキシ-4-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2144, oil)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.58 (3H, s), 2.39 (3H, s), 3.19 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=77.3\text{Hz}$), 3.57 (2H, ABq, $J=11.6$, $\Delta\nu=9.0\text{Hz}$), 4.70 (2H, s), 6.52 (1H, t, $J=73.7\text{Hz}$), 7.04-7.11 (2H, m), 7.40 (1H, d, $J=7.7\text{Hz}$) ppm

3-(2-ジフルオロメトキシ-5-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2145, mp64)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.58 (3H, s), 2.36 (3H, s), 3.20 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=80.0\text{Hz}$), 3.57 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=9.8\text{Hz}$), 4.68 (2H, s), 6.51 (1H, t, $J=73.8\text{Hz}$), 7.18 (2H, dd, $J=1.8, 8.3\text{Hz}$), 7.26 (1H, d, $J=1.8\text{Hz}$) ppm

3-(3-ジフルオロメトキシ-4-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2146, mp63-65)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.54 (3H, s), 2.31 (3H, s), 3.10 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=78.8\text{Hz}$), 3.53 (2H, d, $J=1.4\text{Hz}$), 4.58 (2H, s), 6.54 (1H, t, $J=73.6\text{Hz}$), 7.16-7.21 (3H, m) ppm

3-(3-クロロ-2-ジフルオロメトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2147, oil)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.60 (3H, s), 3.24 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=78.7\text{Hz}$), 3.58 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=11.2\text{Hz}$), 4.76 (2H, s), 6.60 (1H, t, $J=73.6\text{Hz}$), 7.30-7.34 (1H, m), 7.52-7.56 (2H, m) ppm

3-(2-クロロ-5-ジフルオロメトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2148, mp85-86)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.60 (3H, s), 3.21 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=80.6\text{Hz}$), 3.58 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=10.7\text{Hz}$), 4.83 (2H, s), 6.53 (1H, t, $J=72.8\text{Hz}$), 7.16 (1H, dd, $J=8.8, 2.8\text{Hz}$), 7.36 (1H, d, $J=2.8\text{Hz}$), 7.47 (1H, d, $J=8.8\text{Hz}$) ppm

3-(5-クロロ-2-ジフルオロメトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2149, oil)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.60 (3H, s), 3.24 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=80.6\text{Hz}$), 3.59 (2H, ABq, $J=11.7$, $\Delta\nu=12.4\text{Hz}$), 4.71 (2H, s), 6.52 (1H, t, $J=73.2\text{Hz}$), 7.20 (1H, d, $J=8.8\text{Hz}$), 7.41 (1H, dd, $J=8.8, 2.6\text{Hz}$), 7.52 (1H, d, $J=2.6\text{Hz}$) ppm

3-(4-クロロ-3-ジフルオロメトキシベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2150, oil)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.57 (3H, s), 3.18 (2H, ABq, $J=17.8$, $\Delta\nu=80.8\text{Hz}$), 3.56 (2H, ABq, $J=11.9$, $\Delta\nu=10.3\text{Hz}$), 4.59 (2H, s), 6.57 (1H, t, $J=72.9\text{Hz}$), 7.26 (1H, dd, $J=8.2, 2.0\text{Hz}$), 7.34 (1H, br), 7.50 (1H, d, $J=8.2\text{Hz}$) ppm

3-(2-メトキシメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2151, oil)

$^1\text{H-NMR}$ (200MHz, CDCl_3) δ : 1.54 (3H, s), 3.04 (2H, ABq, $J=18.0$, $\Delta\nu=81.8\text{Hz}$), 3.41 (3H, s), 3.54 (2H, ABq, $J=12.7$, $\Delta\nu=5.7\text{Hz}$), 4.61 (2H, s), 4.83 (2H, s), 7.36-7.49 (4H, m) ppm

3-(2-エトキシメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2152, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.25 (3H, t, J=7.0Hz), 1.54 (3H, s), 3.04 (2H, ABq, J=17.8, Δν=81.3Hz), 3.47-4.14 (4H, m), 4.66 (2H, s), 4.86 (2H, s), 7.33-7.48 (4H, m) ppm
3-(2-(2, 2-トリフルオロエトキシメチル)ベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2153, mp<40)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.56 (3H, s), 3.13 (2H, ABq, J=17.8, Δν=83.7Hz), 3.56 (2H, d, J=3.2Hz), 3.86 (2H, q, J=8.8Hz), 4.83 (2H, s), 4.87 (2H, s), 7.4-7.5 (4H, m) ppm
3-(3-(2, 2-トリフルオロエトキシメチル)ベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2154, mp<40)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.53 (3H, s), 3.07 (2H, ABq, J=17.6, Δν=80.5Hz), 3.51 (2H, d, J=1.6Hz), 3.86 (2H, q, J=8.8Hz), 4.62 (2H, s), 4.70 (2H, s), 7.41-7.43 (4H, m) ppm
3-(2-(2-メトキシエトキシ)ベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2155, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.51 (3H, s), 3.03 (2H, ABq, J=17.8, Δν=78.1Hz), 3.45 (3H, s), 3.50 (2H, d, J=1.5Hz), 3.77 (2H, t, J=4.8Hz), 4.17 (2H, t, J=4.8Hz), 4.73 (2H, s), 6.94-7.05 (2H, m), 7.32-7.46 (2H, m) ppm
3-(3-(2-メトキシエトキシ)ベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2156, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.50 (3H, s), 2.96 (2H, ABq, J=17.7, Δν=82.3Hz), 3.46 (3H, s), 3.49 (2H, s), 3.76 (2H, t, J=4.6Hz), 4.13 (2H, t, J=4.6Hz), 4.56 (2H, s), 6.99 (3H, d, J=3.5Hz), 7.27-7.36 (1H, m) ppm
3-(2-(2, 2-ジメトキシエトキシ)ベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2157, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.52 (3H, s), 3.03 (2H, ABq, J=17.8, Δν=80.2Hz), 3.48 (6H, s), 3.51 (2H, d, J=1.5Hz), 4.04 (2H, d, J=5.3Hz), 4.74 (3H, t), 6.93-7.06 (2H, m), 7.33-7.46 (2H, m) ppm
3-(3-(2, 2-ジメトキシエトキシ)ベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2158, mp55-58)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.51 (3H, s), 2.98 (2H, ABq, J=17.9, Δν=81.4Hz), 3.47 (6H, s), 3.50 (2H, s), 4.02 (2H, d, J=5.2Hz), 4.56 (2H, s), 4.72 (1H, t, J=5.2Hz), 6.96-7.03 (3H, m), 7.26-7.34 (1H, m) ppm
3-(2-(2, 2-エチレンジオキシエトキシ)ベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2159, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.51 (3H, s), 3.04 (2H, ABq, J=17.7, Δν=76.1Hz), 3.50 (2H, ABq, J=11.6, Δν=5.7Hz), 3.92-4.07 (4H, m), 4.09 (2H, d, J=3.8Hz), 4.73 (2H, s), 5.30 (1H, t, J=3.7Hz), 6.94-7.07 (2H, m), 7.33-7.48 (2H, m) ppm
3-(3-(2, 2-エチレンジオキシエトキシ)ベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2160, mp74-76)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.50 (3H, s), 2.97 (2H, ABq, J=17.9, Δν=81.6Hz), 3.49 (2H,

s), 3.96-4.11 (6H, m), 4.55 (2H, s), 5.29 (1H, t, J=3.8Hz), 6.97-7.03 (3H, m), 7.26-7.32 (1H, m) ppm
3-(α-メチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2161, mp62-64)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.36 (s)+1.47 (s) (3H), 1.88 (3H, d, J=7.2Hz), 2.69 (ABq, J=17.9, Δν=179.4Hz)+2.70 (s) (2H), 3.31 (ABq, J=11.5, Δν=17.7Hz)+3.45 (s) (2H), 4.58 (q, J=7.2Hz)+4.59 (q, J=7.2Hz) (1H), 7.39-7.45 (5H, m) ppm
3-(α, α-ジメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2162, mp102-105)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.32 (3H, s), 1.95 (6H, s), 2.26 (2H, ABq, J=18.0, Δν=88.6Hz), 3.31 (2H, ABq, J=11.5, Δν=10.0Hz), 7.41-7.47 (3H, m), 7.60-7.65 (2H, m) ppm
3-(α-イソプロピルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2165, mp75-80)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 0.92 (3H, d, J=6.7Hz), 1.31 (d, J=6.6Hz)+1.33 (d, J=6.6Hz) (3H), 1.19 (s)+1.40 (s) (3H), 1.82-3.38 (5H, m), 4.18 (d, J=8.7Hz)+4.20 (d, J=8.2Hz) (1H), 7.42 (5H, s) ppm
3-(α, 2-ジメチルベンジル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2166, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.31 (s)+1.55 (s) (3H), 1.83 (3H, d, J=7.0Hz), 2.41 (3H, d, J=1.9Hz), 2.71 (ABq, J=18.0, Δν=202.4Hz)+2.73 (ABq, J=16.9, Δν=25.8Hz) (2H), 3.25 (ABq, J=11.5, Δν=29.5Hz)+3.48 (d, J=2.1Hz) (2H), 7.21-7.34 (3H, m), 7.56-7.61 (1H, m) ppm
3-(4-クロロフェニル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2167, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.55 (3H, s), 2.39-2.47 (1H, m), 2.72-2.96 (1H, m), 2.99 (d, J=4.8Hz)+3.02 (ABq, J=17.9, Δν=143.2Hz) (2H), 3.45 (s)+3.57 (ABq, J=11.8, Δν=15.2Hz) (2H), 4.22-4.30 (1H, m), 4.46-4.60 (1H, m), 4.66-4.72 (1H, m), 6.91-7.01 (2H, m), 7.30-7.34 (1H, m), 7.47-7.51 (1H, m) ppm
3-(1-インダニル)スルホニル-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2168, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.38 (s)+1.52 (s) (3H), 2.35-3.59 (8H, m), 4.92 (1H, dt, J=8.9, 3.3Hz), 7.28-7.37 (3H, m), 7.64 (1H, d, J=7.3Hz) ppm
3-(1-(1, 2, 3, 4-テトラヒドロナフチル)スルホニル)-5-クロロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2169, oil)
¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.38 (s)+1.50 (s) (3H), 2.18-2.29 (2H, m), 2.61-2.85 (4H, m), 2.79 (2H, ABq, J=17.9, Δν=176.0Hz), 3.36 (d, J=4.3Hz)+3.51 (d, J=3.2Hz) (2H), 4.67-4.72 (1H, m), 7.17-7.35 (3H, m), 7.54-7.60 (1H, m) ppm
3-ベンジルスルホニル-5-(2-クロロエチル)-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2170, mp74-75)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.39 (3H, s), 2.13 (2H, t, J=7.3Hz), 2.86 (2H, ABq, J=17.6, Δν=32.9Hz), 3.49 (2H, t, J=7.3Hz), 4.61 (2H, s), 7.43 (5H, s) ppm

3-ベンジルスルホニル-5-ジフルオロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2178, mp 78-80)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.47 (3H, s), 3.02 (2H, ABq, J=18.1, Δν=95.4Hz), 4.61 (2H, s), 5.65 (1H, t, J=55.5Hz), 7.35-7.46 (5H, br) ppm

3-ベンジルスルホニル-5-トリフルオロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (2179, mp 106-107)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.57 (3H, s), 3.11 (2H, ABq, J=18.3, Δν=79.9Hz), 4.62 (2H, s), 7.43 (5H, s) ppm

3-ベンジルスルホニル-5-クロロメチル-5-エチル-2-イソオキサゾリン (2181, oil)

¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 0.92 (3H, t, J=7.4Hz), 1.81 (2H, q, J=7.4Hz), 3.00 (2H, ABq, J=18.0, Δν=51.0Hz), 3.51 (2H, ABq, J=11.8, Δν=7.0Hz), 4.60 (2H, s), 7.42 (5H, s) ppm

【0120】

【実施例3】

3-ベンジルチオ-5-クロロメチル-5-エチル-2-イソオキサゾリン (化合物番号181) (E工程)

実施例1の方法に準じて製造した3-ベンジルチオ-5-ヒドロキシメチル-5-エチル-2-イソオキサゾリン3.03gとトリフェニルホスフィン3.38gを四塩化炭素30mlに溶かし、一晚還流した。室温に冷却後、反応溶液を濾過し、溶媒を留去後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(ヘキサン:酢酸エチル=40:1)により精製し、油状の目的物1.13g(28%)を得た。

【0121】¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 0.98 (3H, t, J=7.4Hz), 1.85 (2H, q, J=7.4Hz), 2.98 (2H, ABq, J=16.9, Δν=50.9Hz), 3.55 (2H, ABq, J=11.3, Δν=17.5Hz), 4.26 (2H, s), 7.28-7.41 (5H, m) ppm

【0122】

【実施例4】

3-ベンジルチオ-5-ジフルオロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (化合物番号178) (H、I工程)

(1) 3-ベンジルチオ-5-ホルミル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (H工程)
オキサリルクロリド0.11mlを塩化メチレン3mlに溶解し、-60℃に冷却した後、N,N-ジメチルスルホキシド0.15mlと塩化メチレン1.9mlの混合溶液を滴下した。-60℃で20分間攪拌した後、実施例1の方法に準じて製造した3-ベンジルチオ-5-ヒドロキシメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン244.3mgの塩化メチレン溶液2mlを滴下し、-60℃で20分間攪拌した。更に反応溶液にトリエチルアミン0.43mlを加え、-60℃で30分間、室温に昇温しながら1時間40分攪拌した。反応溶液に水を

加え、塩化メチレンで抽出し、有機層を水、1N-塩酸及び飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。濾過し、溶媒を留去後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(ヘキサン:酢酸エチル=2:1)により精製し、油状の目的物238.1mg(98%)を得た。

【0123】¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.51 (3H, s), 3.09 (2H, ABq, J=16.5, Δν=103.9Hz), 4.26 (2H, d, J=1.2Hz), 7.28-7.40 (5H, m), 9.62 (1H, s) ppm

(2) 3-ベンジルチオ-5-ジフルオロメチル-5-メチル-2-イソオキサゾリン (化合物番号178)

(I工程)

(1)の方法で製造した3-ベンジルチオ-5-ホルミル-5-メチル-2-イソオキサゾリン220.8mgを塩化メチレン4.4mlに溶解し、氷水浴中、ジエチルアミノサルファートリフルオライド(DAST)0.5mlを加えた。2時間攪拌した後、氷水浴を取り除き、室温まで昇温した。更に12時間攪拌した後、反応溶液に氷を加え、塩化メチレンで抽出し、有機層を水、飽和食塩水で順に洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。濾過し、溶媒を留去後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(ヘキサン:酢酸エチル=50:1)により精製し、油状の目的物116.4mg(48%)を得た。

【0124】¹H-NMR (200MHz, CDCl₃) δ: 1.49 (3H, s), 3.04 (2H, ABq, J=16.9, Δν=80.6Hz), 4.27 (2H, s), 5.68 (1H, t, J=56.0Hz), 7.23-7.42 (5H, m) ppm

【0125】

【製剤例】

【0126】

【製剤例1】

(水和剤) 化合物番号2161番の化合物25%、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム塩2.5%、リグニンスルホン酸カルシウム塩2.5%及び珪藻土70%をよく粉砕混合して水和剤を得た。

【0127】

【製剤例2】

(乳剤) 化合物番号2番の化合物30%、ドデシルベンゼンスルホン酸カルシウム塩2.68%、ポリオキシエチレンアルキルエーテル4.92%、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸カルシウム塩0.4%及びキシレン62%をよく混合して乳剤を得た。

【0128】

【製剤例3】

(粒剤) 化合物番号2011番の化合物5%、ホワイターカーボン1%、リグニンスルホン酸カルシウム塩5%、ベントナイト20%及びクレー69%をよく粉砕混合し、水を加えてよく練り合せた後、造粒乾燥して粒剤を得た。

【0129】

【製剤例4】

(水和顆粒) 化合物番号162番の化合物80%、特殊

ポリカルボン酸重合体ナトリウム塩1.25%、水3.75%、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム塩3%、デキストリン7%及び酸化チタン5%を混合し、次いでエアーミルで粉碎し、回転ミキサー又は流動床ミキサー中に加え、水を噴霧して顆粒化させた。大部分が1.0-0.15mmになったら顆粒を取り出し、乾燥後、篩にかけた。オーバーサイズの物質を粉碎し、1.0-0.15mmの顆粒を得た。

【0130】

【製剤例5】

(水性懸濁液) 化合物番号2170番の化合物25部、ナトリウムジオクチルスルホサクシネート0.7部、プロピレングリコール0.15部、リグニンスルホン酸カルシウム塩10部、水44.15部及びプロピレングリコール10部を固形粒子が5ミクロン以下の直径に減少されるまで、ボールミル、サンドミル又はローラーミル中で一緒に粉碎した。この粉碎スラリー90部に、0.05% (W/W) キサントンガム水溶液10部を加えて混合し、水性懸濁液を得た。

【0131】

【発明の効果】本発明の化合物(I)は、殺草作用を有しており、除草剤として使用することができる。その作用は一般に双子葉植物に対するよりも単子葉植物に対する方が強い。例えば、水田においては、雑草の発芽前又は発芽後に湛水処理することにより、水田の強雑草であるタイヌビエ、ヒメタイヌビエ、ケイヌビエ等のイネ科雑草を特に強力に駆除し、また従来の除草剤では防除が困難なマツバイ、ホタルイ、クログワイ、ミズガヤツリ等のカヤツリグサ科多年生雑草及びウリカワ、オモダカ等のオモダカ科多年生雑草も駆除することができ、更に、アゼナ等のゴマノハグサ科雑草、キカシグサ、ヒメミソハギ、ミズマツバ等のミソハギ科雑草、コナギ、ミズアオイ等のミズアオイ科雑草の広葉雑草をも有効に駆除することができる。

【0132】一方、水稻に対しては、選択性が大きく、移植水稻は薬害を受けることはなく、処理適用幅が大きいという利点がある。

【0133】また、畑地においては、雑草の発芽前に土壌処理することにより、又は発芽後に茎葉処理することにより、畑地の強雑草であるアカザ、シロザ、コアカザ等のアカザ科雑草、カラシナ等のアブラナ科雑草、イヌビユ、アオゲイトウ、イノコズチ等のヒユ科雑草、イヌホウズキ等のナス科雑草等を有効に駆除することができるが、中でもイヌビユ、メヒシバ、コメヒシバ、エノコログサ、アキノエノコログサ、セイバンモロコシ、オオクサキビ等のイネ科雑草及び黄ハマスゲ等のカヤツリグサ科雑草を極めて強力に駆除することができ、一方、トウモロコシ、ビート、ワタ、ダイズ等の作物は薬害を受*

* けることがない。

【0134】次に、生物試験例を挙げて、具体的にその効果を示す。

【0135】

【試験例】

【0136】

【試験例1】

水田雑草発芽前処理

100cm² ポットに水田土壌を充填し、休眠覚醒したタイヌビエ、ホタルイの種子を表層1cmに混和した。また、2葉期の水稻の苗を移植して湛水状態とし、温室で生育させた。3日後に、製剤例1に準じて調製した水和剤を用いて所定の薬量を湛水土壌処理し、21日後に次に示す判定基準に従って調査を行なった。その結果を表2に示した。

(判定基準)

0:	生育抑制率	0-10%
1:	生育抑制率	11-30%
2:	生育抑制率	31-50%
3:	生育抑制率	51-70%
4:	生育抑制率	71-90%
5:	生育抑制率	91-100%

【0137】

【試験例2】

タイヌビエ1.5葉期処理

試験例1と同じ方法で、タイヌビエの1.5葉期に、製剤例1に準じて調製した水和剤を用いて所定の薬量を湛水土壌処理し、21日後に調査を行なった。その結果を表2に示した(判定基準は試験例1と同じ)。

【0138】なお、表2において、比較1、比較2、比較3とあるのは、それぞれ比較化合物1、比較化合物2、比較化合物3のことである。

【0139】比較化合物1は、(5-クロロメチル-3-フェニルスルホニル-2-イソオキサゾリン)であり、ヘテロサイクルズ、第22巻、第10号、第2187ページ(1984年)記載の化合物である。

【0140】比較化合物2は、(5-シアノ-5-メチル-3-ベンジルチオ-2-イソオキサゾリン)であり、特開平5-105672号公報記載の化合物である。

【0141】比較化合物3は、(5-シアノ-5-メチル-3-(3-トリフルオロメチルベンジル)スルホニル-2-イソオキサゾリン)であり、特開平5-105672号公報記載の化合物である。

【0142】これら比較化合物が除草活性を有するということは、上記文献中には何ら記載されていない。

【0143】

【表2】

71						72			
番号	(g/a)	タイヌ ピエ	広葉	ホタ ルイ	水稻	タイヌ ピエ	広葉	ホタ ルイ	水稻
1	5	5	1	3	0	5	1	5	0
2	5	5	0	2	0	5	0	2	0
3	5	5	1	2	0	4	0	2	0
5	5	5	2	2	0	5	1	3	0
6	5	5	1	2	0	5	0	3	0
10	5	5	1	3	0	5	1	3	0
12	5	5	1	4	0	5	0	5	0
34	5	5	3	3	0	5	4	4	0
35	5	5	3	4	0	5	2	3	0
36	5	5	1	3	0	5	0	2	0
37	5	5	4	4	0	5	3	5	0
38	5	5	1	1	0	5	1	1	1
39	5	5	3	1	0	5	4	2	0
40	5	5	5	0	0	5	4	3	0
41	5	5	3	2	0	5	1	1	0
44	5	5	3	1	0	4	2	2	0
50	5	5	0	2	0	3	0	2	0
51	5	5	1	2	0	5	1	2	0
52	5	5	0	4	0	5	0	2	0
53	5	5	0	5	0	5	0	5	0
54	5	5	0	5	0	5	0	4	0
55	5	5	0	5	0	5	0	5	0
56	5	5	4	4	0	5	2	5	0
57	5	5	1	5	0	5	0	5	0
59	5	5	2	4	0	5	2	5	0
60	5	5	1	5	0	5	3	5	0
61	5	5	1	3	0	5	1	3	0
66	5	5	4	4	0	5	4	3	0
67	5	5	5	4	0	5	3	5	0
70	5	5	2	5	0	5	3	4	0
72	5	5	4	3	0	5	0	4	0
78	5	5	2	3	0	3	2	2	0
79	5	5	0	2	0	2	0	1	0
127	5	5	0	2	0	4	0	1	0
1001	5	5	2	5	0	5	0	5	0
2001	5	5	4	5	2	5	4	5	0
2002	5	5	4	5	0	5	4	5	0
2003	5	5	4	5	2	5	2	5	0
2004	5	5	3	5	2	5	2	4	0
2005	5	5	5	5	2	5	5	5	2
2006	5	5	5	5	2	5	4	5	0
2007	5	5	5	5	0	5	3	5	0
2008	5	5	5	5	0	5	5	5	0
2009	5	5	4	5	0	5	5	5	0
2010	5	5	5	5	1	5	5	5	2
2011	5	5	5	5	0	5	5	4	0
2012	5	5	5	5	0	5	5	5	0

	73					74			
2014	5	5	3	5	0	5	2	4	0
2015	5	5	5	5	0	5	4	4	0
2019	5	3	2	0	0	3	0	3	0
2020	5	5	4	5	0	5	4	5	0
2031	5	5	2	1	0	4	1	2	0
2033	5	5	4	4	0	5	1	4	0
2034	5	5	4	5	0	5	2	3	0
2035	5	5	4	5	0	5	4	5	0
2036	5	5	4	5	0	5	4	4	0
2037	5	5	5	3	0	5	4	3	0
2038	5	5	5	3	0	5	4	2	0
2039	5	5	5	5	0	5	4	4	0
2040	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2041	5	5	4	4	0	5	4	4	0
2042	5	5	5	2	0	5	3	4	0
2043	5	5	5	4	0	5	4	5	0
2044	5	5	5	3	0	5	4	2	0
2045	5	5	4	5	0	5	4	4	0
2046	5	5	4	4	0	5	4	2	0
2047	5	5	4	3	0	5	3	3	0
2048	5	5	5	4	0	5	5	2	0
2049	5	5	5	4	0	5	5	4	0
2050	5	5	4	4	0	5	3	4	0
2051	5	5	4	5	0	5	2	4	0
2052	5	5	3	4	0	5	4	4	0
2053	5	5	5	5	2	5	4	5	1
2054	5	5	5	5	2	5	4	5	0
2055	5	5	5	5	2	5	4	5	0
2056	5	5	5	5	2	5	4	5	0
2057	5	5	4	5	2	5	4	5	0
2058	5	5	4	5	2	5	4	5	2
2059	5	5	5	5	2	5	4	5	2
2060	5	5	4	5	0	5	3	5	0
2061	5	5	3	5	0	5	4	5	0
2064	5	5	5	5	0	5	5	5	0
2065	5	5	4	5	0	5	4	5	1
2066	5	5	5	5	0	5	3	4	0
2067	5	5	5	5	0	5	5	5	0
2068	5	5	4	5	0	5	4	5	1
2070	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2071	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2072	5	5	4	5	0	5	2	5	0
2073	5	5	4	4	1	5	3	4	0
2074	5	5	5	3	0	4	3	2	0
2075	5	5	4	4	0	5	4	5	0
2076	5	5	4	3	0	5	3	4	2
2077	5	5	5	5	2	5	4	5	2
2078	5	5	4	5	0	5	4	5	0
2079	5	5	3	5	0	5	1	5	0
2080	5	5	4	5	2	5	4	5	0

	75					76			
2081	5	5	4	4	0	5	3	5	0
2082	5	5	3	5	0	5	3	5	0
2083	5	5	3	5	0	5	1	4	0
2084	5	5	3	5	0	5	3	4	0
2085	5	5	3	5	0	5	4	4	2
2087	5	5	0	2	0	5	0	4	0
2088	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2089	5	5	4	5	0	5	4	3	0
2090	5	5	4	4	0	5	3	4	0
2091	5	5	4	4	0	5	1	4	0
2092	5	5	4	5	0	5	4	5	0
2093	5	5	4	5	0	5	3	4	0
2094	5	5	4	4	0	4	3	4	0
2095	5	5	5	5	0	5	5	5	2
2097	5	5	5	5	2	5	5	5	1
2098	5	5	5	5	0	5	5	5	2
2099	5	5	5	5	0	5	5	5	0
2100	5	5	3	4	0	5	3	5	0
2101	5	5	4	5	0	5	3	5	0
2102	5	5	5	5	0	5	4	4	0
2103	5	5	4	4	0	5	4	3	0
2104	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2105	5	5	4	3	0	5	4	3	0
2106	5	5	4	3	0	5	4	4	0
2107	5	5	4	5	0	5	3	3	0
2108	5	5	4	5	0	5	4	4	0
2109	5	5	4	2	0	5	3	2	0
2110	5	5	5	4	0	5	4	5	0
2111	5	5	5	5	0	5	4	4	0
2112	5	5	4	4	0	5	3	4	0
2113	5	5	5	4	0	5	4	4	0
2114	5	5	5	4	0	5	5	4	0
2115	5	5	4	4	0	5	4	4	0
2116	5	5	4	5	0	5	4	4	0
2117	5	5	4	5	0	5	2	4	0
2118	5	5	5	4	0	5	4	4	0
2119	5	5	4	5	0	5	3	4	0
2120	5	5	5	5	1	5	5	5	0
2121	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2122	5	5	4	5	0	5	3	5	0
2123	5	5	4	5	1	5	4	5	0
2124	5	5	4	0	1	5	3	5	0
2125	5	5	4	5	0	5	4	5	0
2126	5	5	3	5	0	5	3	5	0
2127	5	5	5	5	1	5	5	4	0
2128	5	5	3	5	0	5	1	4	0
2131	5	5	4	5	0	5	4	4	0
2142	5	5	2	3	0	5	2	4	0
2143	5	5	5	5	1	5	4	5	0
2144	5	5	5	4	2	5	5	4	0

	77						78		
2145	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2146	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2147	5	5	5	5	0	4	4	4	0
2148	5	5	5	5	0	5	3	5	0
2149	5	5	5	4	1	5	4	4	0
2150	5	5	5	5	0	5	4	5	0
2151	5	5	3	5	0	5	3	5	0
2152	5	5	3	5	0	5	3	5	0
2153	5	5	4	5	0	5	2	5	0
2154	5	5	3	5	0	5	3	4	0
2155	5	5	3	5	0	5	3	5	0
2156	5	5	2	5	1	5	2	4	0
2157	5	5	3	5	0	5	1	5	0
2158	5	5	3	4	0	5	3	4	0
2159	5	5	4	5	0	5	3	5	0
2160	5	5	4	3	0	5	3	4	0
2161	5	5	3	5	1	5	3	5	0
2162	5	5	0	3	0	4	0	3	0
2165	5	5	0	5	0	5	0	5	0
2166	5	5	4	5	0	5	3	5	0
2167	5	5	1	5	0	4	1	5	0
2168	5	5	3	5	0	5	2	5	0
2169	5	5	3	5	0	5	3	5	0
2170	5	5	2	4	0	4	0	4	0
2178	5	5	4	5	2	5	2	5	1
2179	5	5	4	4	0	5	4	4	0
比較1	5	2	3	0	0	0	0	0	0
比較2	5	2	0	0	0	1	0	0	0
比較3	5	0	0	0	0	-	-	-	-

上記表中、「-」は、未試験を示す。

【0144】

【試験例3】

畑作雑草発芽前処理

60cm³、深さ4cmの角型ポットにクレハ園芸培土を充填し、各種供試雑草及び作物の種子をそれぞれ播種し、約1cm覆土した。これらのポットに製剤例2に準じて調製した乳剤を用いて所定の薬量を均一に散布処理した。処理後、これらのポットを温室において植物を生育した。処理後21日目に、各雑草に対する除草効果及び作物に対する薬害を、次に示す判定基準に従って調査を行なった。その結果を表3に示した。

【0145】なお、表中BGはイヌビエ (barnyardgrass)、CRはメヒシバ (crabgrass)、FOはエノコログサ (foxtail)、JOはセイバンモロコシ (johnsongrass)、PAはオオクサキビ (panicum)、NUは黄ハマスゲ (yellow nutsedge)、LAはシロザ *

* (lambsquarters)、MUはカラシナ (mustard)、PIはアオゲイトウ (pigweed) を、それぞれ示す。

【0146】(判定基準)

0: 生育抑制率 0-9%
 1: 生育抑制率 10-19%
 2: 生育抑制率 20-29%
 3: 生育抑制率 30-39%
 4: 生育抑制率 40-49%
 5: 生育抑制率 50-59%
 6: 生育抑制率 60-69%
 7: 生育抑制率 70-79%
 8: 生育抑制率 80-89%
 9: 生育抑制率 90-99%
 10: 生育抑制率 100%

【0147】

【表3】

化合物 薬量 BG CR FO JO PA NU LA MU PI トコ 綿 大豆

番号	79 (kg/ha)										80 コシ		
2001	2.0	10	10	10	10	10	10	-	4	10	2	0	1
2002	2.0	10	10	10	9	10	10	6	2	10	0	0	0
2003	2.0	10	10	10	10	10	10	10	10	10	0	0	0
2004	2.0	10	10	10	10	10	10	10	10	10	0	0	0
2034	2.0	10	10	10	10	10	10	9	10	10	0	0	0
2035	2.0	10	10	10	10	10	3	9	10	10	0	3	3
2036	2.0	10	10	10	9	10	10	3	0	9	0	0	0
2050	2.0	10	9	-	10	10	0	0	5	10	0	0	0
2051	2.0	9	9	10	8	10	2	0	0	5	0	0	0
2052	2.0	9	10	10	10	10	0	5	9	9	0	0	0

上記表中、「-」は、未試験を示す。

【0148】

【試験例4】

畑作茎葉処理

60cm³、深さ4cmの角型ポットにクレハ園芸培土を充填し、各種供試雑草及び作物の種子をそれぞれ播種し、約1cm覆土した。これらのポットを温室において植物を生育した。各植物が2～3葉期に達した時（播*

*種後約10日）、これらのポットに、製剤例2に準じて調整した乳剤を用いて所定の薬量を茎葉部に均一に散布処理した。処理後14日目に、各雑草に対する除草効果及び作物に対する薬害の調査を行なった。その結果を表4に示した（判定基準と及び略号は試験例3と同じ）。

【0149】

【表4】

化合物 番号	薬量 (kg/ha)	BG	CR	FO	JO	PA	NU	PI	トコ コシ	綿	大豆
2004	2.0	5	7	10	8	8	2	1	0	1	1
2039	2.0	4	5	8	6	8	0	7	0	1	0
2079	2.0	4	8	6	5	7	2	0	0	1	1

フロントページの続き

(72)発明者 門谷 淳二

滋賀県野洲郡野洲町野洲1041 三共株式会
社内

※(72)発明者 本間 豊邦

滋賀県野洲郡野洲町野洲1041 三共株式会
社内

(72)発明者 天笠 正

滋賀県野洲郡野洲町野洲1041 三共株式会
社内

THIS PAGE BLANK (USPTO)